



Microbolomètres supraconducteurs YBCO suspendus réalisés par micro-usinage du substrat de silicium

Laurence Méchin

► To cite this version:

Laurence Méchin. Microbolomètres supraconducteurs YBCO suspendus réalisés par micro-usinage du substrat de silicium. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Caen, 1996. Français. NNT: . tel-00138157

HAL Id: tel-00138157

<https://theses.hal.science/tel-00138157>

Submitted on 23 Mar 2007

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THESE

pour obtenir le titre de

Docteur de l'Université de Caen

Spécialité : Sciences

par

Laurence MECHIN

**Microbolomètres supraconducteurs YBaCuO suspendus
réalisés par micro-usinage du substrat de silicium**

Soutenue le 11 octobre 1996

Jury: MM.	Daniel BLOYET	GREYC ISMRA Caen
	Louis DUMOULIN	CSNSM Orsay
	Alain GILABERT	Université de Nice
	Jacques LEWINER	ESPCI Paris
	David MOORE	Université de Cambridge
	Jean-Claude VILLEGIER	CEA-Grenoble

Thèse préparée au Laboratoire de Cryophysique
du CEA-Grenoble (DRFMC / SPSMS)

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier Monsieur Daniel Bloyet, directeur de cette thèse, pour sa participation aux mesures lors de mes séjours à Caen et à leur analyse. Nos nombreuses discussions ont considérablement enrichi mon travail.

Je remercie Monsieur Jean-Claude Villégier qui m'a proposé ce sujet de thèse et qui m'a toujours témoigné une grande confiance, ainsi que mes rapporteurs Messieurs Alain Gilabert et Louis Dumoulin, et Messieurs Jacques Lewiner et David Moore qui ont accepté de faire partie de mon jury.

J'ai commencé ma thèse au LETI dans le service dirigé par Monsieur Gilles Delapierre et je l'ai terminée au DRFMC dans le Service de Physique Statistique, de Magnétisme et de Supraconductivité dirigé par Monsieur Jacques Flouquet. Les caractéristiques communes aux deux groupes ont été la bonne humeur, la sympathie et la disponibilité de chacun. Je regretterai sans aucun doute ces trois années passées à Grenoble pour le café du matin souvent agrémenté de discussions animées, mais aussi pour les repas, les ballades et surtout le ski autour de Grenoble. Je remercie chaleureusement les anciens "supras": Lucile Arnaud, Henri Boucher, Raymond Chicault, Marie-Claire Cyrille, Anne Ghis, Axel Jager, Michel Lévis, Hubert Moriceau, Sergio Nicoletti, Florence Pourtier-Marty, Michael Schwertfeger, Maryse Vabre ainsi que les nouveaux: Vincent Larrey, François Lefloch, Fabio Miletto Granozio, Jean-Luc Thomassin, les stagiaires: Danny, Eric, Sam, Stéphanie et tous les membres du LCP dont Roberto Calemczuk, Jean Thomasson et Bernard Salce, chef du laboratoire. J'adresse un remerciement particulier à Hubert et Sergio qui m'ont initié aux caractérisations structurales et à l'art du dépôt laser.

J'ai retrouvé avec plaisir l'équipe instrumentation du GREYC à l'ISMRA lors de mes deux séjours à Caen. Je remercie l'ensemble du laboratoire pour son accueil et particulièrement Pierre Langlois qui a travaillé sur la modélisation des caractéristiques I-V, Emmanuel Lesquey qui a mis son banc de mesures à ma disposition et qui a passé de longs moments à prendre les contacts aux ultra-sons sur mes échantillons, ainsi que Didier Robbes et Christophe Dolabdjian pour les mesures de bruit.

Pendant ce travail, j'ai bénéficié de l'aide technique de Raymond Charles, René Lesage, Thierry Terrier et Thierry Turc qui ont toujours trouvé des solutions à mes problèmes.

Les couches minces ont été caractérisées dans le Service de Caractérisation Physique des Matériaux du LETI. J'ai beaucoup apprécié la collaboration de Guy Rolland, Frédéric Laugier et Michel Burnin pour les mesures par diffraction de rayons X, d'Amal Chabli et François Bertin pour les mesures par ellipsométrie, de Cyril Vannuffel pour les observations en microscopie en transmission, de Jean-Claude Gay et Christian Denayer pour les mesures de réflectivité et de transmission.

Enfin, je remercie Patrick Agnese, Jean-Louis Pornin, Michel Ravetto et Bernard Tucek du Laboratoire d'Infrarouge du LETI qui m'ont aidé à mettre en place le banc de mesures infrarouges en me prêtant un cryostat, un corps noir et des hublots.

TABLES DES MATIÈRES

Introduction.....	1
Chapitre 1 - Présentation du Sujet.....	3
I- Les supraconducteurs à haute température critique et leurs applications.....	5
1- Introduction.....	5
2- Historique de la supraconductivité.....	6
3- Les applications des SHTc aujourd'hui.....	7
II- Les détecteurs infrarouges.....	9
1 -Principales caractéristiques des détecteurs.....	9
a) <i>La sensibilité: S.....</i>	9
b) <i>La constante de temps de réponse: τ.....</i>	9
c) <i>Le bruit du détecteur: en ou in.....</i>	9
d) <i>La puissance équivalente de bruit: NEP.....</i>	9
e) <i>La détectivité spécifique: D^*.....</i>	10
f) <i>Autres caractéristiques.....</i>	10
2- Classification selon le principe de détection utilisé.....	10
a) <i>Détecteurs thermiques.....</i>	10
b) <i>Cellules photoconductrices.....</i>	12
c) <i>Détecteurs à photoémission électronique.....</i>	12
3- Résumé des performances.....	12
III- Les bolomètres.....	13
1- Principe du bolomètre.....	13
2- Historique des bolomètres.....	15
3- Identification de quelques besoins en détecteur IR auxquels les SHTc pourraient répondre.....	16
4- Expression élémentaire de la sensibilité d'un bolomètre.....	17
5- Sources de bruit.....	18
6- Spécificité des bolomètres supraconducteurs.....	19
a) <i>Emballement thermique.....</i>	19
b) <i>Fonctionnement en polarisation en tension: thermomètre dI_c / dT.....</i>	21
c) <i>Bruit excédentaire d'un film polycristallin.....</i>	21
d) <i>Critères de qualité retenus.....</i>	22
IV- Etat de l'art des bolomètres suspendus YBaCuO.....	22

1- Substrats polycristallins d'YSZ suspendus.....	22
2- Substrats de saphir amincis.....	23
3- Substrat de silicium aminci.....	24
4- Gravure d'une couche sacrificielle.....	24
5- Technologies basées sur le micro-usinage du substrat de silicium.....	25
a) Principe.....	25
b) Gravure du substrat par la face arrière.....	25
c) Gravure du substrat par la face avant.....	27
6- Résumé des performances atteintes par des bolomètres suspendus YBaCuO.....	29
7- Choix de films d'YBaCuO épitaxiés sur substrats de silicium micro-usinés pour la fabrication de nos bolomètres.....	30
Chapitre 2 - Fabrication des Bolomètres Suspendus par Micro-Usinage du Silicium.....	33
I- Introduction.....	35
II- Méthodes expérimentales.....	35
1- Dépôt par photo-ablation laser.	35
a) Principe.....	35
b) Le laser à excimères.....	37
c) Le porte-cibles.....	38
d) Le porte-substrat chauffant.....	38
e) Contrôle de pression.....	39
2- Etude de la qualité cristalline des couches par diffraction de rayons X.....	40
a) Introduction.....	40
b) Analyse de texture: spectre θ - 2θ	41
c) Analyse de la mosaïcité: spectres ω -scan ou rocking curves.....	42
d) Analyse des relations épitaxiales dans le plan: ϕ -scans.....	42
3- Mesures d'épaisseur par stylet.....	43
4- Techniques de mise en forme des échantillons: la photolithographie.....	44
a) Photomasquage.....	44
b) Gravure par bombardement ionique.....	46
c) Gravure Ionique Réactive (GIR).....	47
d) Fabrication de masques mécaniques pour la définition des plots de contacts.....	48
5- Mesures des caractéristiques électriques des échantillons.....	48
a) Caractéristiques $R(T)$	48
b) Caractéristiques $J_c(T)$	49
III- Dépôt de films d'YBaCuO épitaxiés sur substrats de silicium.....	50
1- Le matériau YBaCuO.....	50

a) Structure cristalline orthorhombique.....	50
b) Oxygénation de la couche d'YBaCuO.....	51
c) Autres paramètres de dépôt du matériau YBaCuO.....	53
2- Utilisation du substrat de silicium.....	53
a) Le choix d'un substrat.....	53
b) Intérêts du choix du substrat de silicium.....	54
c) Les problèmes posés par le substrat de silicium et les solutions retenues.....	55
3- Détermination des conditions de dépôt.....	58
a) Préparation du substrat de silicium.....	58
b) Pression de dépôt d'YSZ.....	58
c) Température de dépôt d'YSZ.....	59
d) Résumé des conditions de dépôt retenus pour les trois couches.....	60
4- Analyse de la texture des films.....	60
5- Orientation épitaxiale des films d'YBaCuO dans le plan.....	61
a) Directions considérées dans l'étude.....	61
b) Influence de l'épaisseur de la couche d'YSZ sur l'orientation épitaxiale des films d'YBaCuO déposés sur YSZ / Si.....	62
c) Alignement épitaxial des films d'YBaCuO obtenu avec l'introduction d'une couche de CeO ₂	65
d) Résumé des relations épitaxiales obtenues dans les deux cas.....	66
6- Caractéristiques R(T) en fonction des épaisseurs de couches tampons.....	66
a) Influence de l'épaisseur d'YSZ sur les caractéristiques R(T) des films d'YBaCuO sur YSZ / Si.....	66
b) Influence de l'épaisseur de CeO ₂ sur les caractéristiques R(T) des films d'YBaCuO sur CeO ₂ / YSZ / Si.....	67
7- Caractéristiques des films d'YBaCuO optimisés sur silicium.....	68
a) Epaisseurs de couches choisies.....	68
b) Caractéristiques R(T).....	69
c) Densité de courant critique J _c (T).....	70
d) Conclusion de l'étude des films d'YBaCuO épitaxiés sur silicium.....	70
IV- Caractérisations complémentaires des couches d'YBaCuO et des couches tampons	71
1- Caractérisation en microscopie électronique en transmission.....	71
2- Mesure des épaisseurs des couches tampons.....	73
a) Mesures de l'épaisseur d'YSZ par ellipsométrie spectroscopique optique à angle variable.....	73
b) Mesures des épaisseurs d'YSZ et de CeO ₂ par réflectométrie de rayons X.....	74
c) Détermination de l'indice de CeO ₂ par ellipsométrie spectroscopique.....	76
d) Validation de la technique de mesure d'épaisseur.....	77
V- Techniques de fabrication des structures suspendues par micro-usinage du substrat de silicium en face avant.....	78

1- Introduction.....	78
2- Gravure par KOH.....	79
a) Gravure anisotrope du silicium par KOH.....	79
b) Etapes technologiques de fabrication.....	82
c) Réalisations.....	85
d) Le problème: choix d'une couche de protection efficace.....	85
3- Gravure Ionique Réactive (GIR).....	87
a) Le profil de gravure.....	87
b) Etapes technologiques de fabrication.....	88
c) Retrait de la résine.....	89
d) Quelques réalisations.....	89
e) Vitesse de gravure en fonction du voisinage.....	90
f) Limitations de la technique.....	91
g) Caractérisation électrique: $R(T)$	93
4- Technologie utilisant un substrat SIMOX.....	94
a) Présentation du substrat SIMOX.....	94
b) Etapes technologiques de fabrication.....	95
c) Limite du procédé.....	96
d) Caractérisations électriques d'un pont de largeur $10\ \mu\text{m}$ et de longueur $100\ \mu\text{m}$: $R(T)$ et $J_c(T)$	97
5- Conclusions sur les trois techniques de fabrication.....	99
a) Facilité de fabrication.....	99
b) Considérations a priori pour les performances en photodétection.....	99
Chapitre 3 - Caractérisation des Bolomètres Suspendus.....	101
I- Introduction.....	103
II- Dispositifs expérimentaux.....	104
1- Amplificateur.....	104
2- Banc de mesures électriques et optiques (GREYC-Caen).....	104
a) Dispositif de mesures.....	104
b) Le cryostat.....	105
c) Diode laser et visualisation du spot.....	105
3- Banc de mesures dans l'infrarouge (CEA-Grenoble).....	105
a) Le cryostat.....	105
b) Connections électriques.....	107
c) Puissance émise par le corps noir et reçue par un pixel.....	107
d) Hublots - filtres.....	109
III- Caractéristiques électro-thermiques des lignes suspendues; confrontation du modèle thermique et des mesures.....	111
1- Introduction.....	111

2- Echantillons étudiés.....	111
3- Dépendance du signal optique avec la température.....	112
4- Conductance thermique électrique.....	113
a) Calcul selon le modèle thermique dans le cas d'un chauffage uniforme.....	113
b) Mesures sur les ponts GIR (BOLO2).....	115
c) Vérification de la loi (3-10).....	117
5- Sensibilité optique.....	118
a) Calcul dans le cas d'un chauffage localisé sur une partie restreinte du pont.....	118
b) Mesure du profil de réponse en fonction de la position du spot focalisé le long du pont.....	119
c) Sensibilité maximale mesurée avec le spot focalisé au centre des ponts.....	120
6- Bande passante.....	121
a) Vérification de la loi τ proportionnel à 2.....	121
b) Mesures de la fréquence de coupure de façon électrique.....	125
c) Calcul de la fonction de transfert dans le cas d'un chauffage uniforme.....	127
7- Evaluation des performances d'un pont SIMOX.....	131
a) Introduction.....	131
b) Conductance thermique.....	132
c) Constante de temps de réponse τ	134
d) Sensibilité optique et électrique.....	135
e) Facteur de qualité Q	138
f) Considérations générales sur le choix du troisième matériau.....	139
8- Mesures du bruit.....	141
9- Résumé des performances optiques: sensibilité, NEP et détectivité.....	142
10- Conclusion sur l'étude des ponts suspendus.....	142
IV- Mesures en polarisation en tension.....	143
1- Etude de l'emballement thermique.....	143
a) Principe de la polarisation en tension.....	143
b) Cas de l'emballement thermique.....	144
c) Interprétation qualitative des caractéristiques I-V.....	145
d) Extraction de la conductance thermique des caractéristiques I-V.....	146
2- Effet de l'irradiation infrarouge.....	146
a) I-V sous irradiation continue et modulée.....	147
b) Caractéristiques I-V hystérétiques.....	149
3- Sensibilités en courant.....	151
V- Etude d'un démonstrateur de détecteur optimisé de surface $100 \times 100 \mu\text{m}^2$.....	153
1- Introduction.....	153
2- Définition de la géométrie du détecteur de surface $100 \times 100 \mu\text{m}^2$	154

a) <i>Contraintes technologiques</i>	154
b) <i>Sensibilité statique S_0</i>	155
c) <i>Bruit</i>	157
d) <i>Discussion</i>	159
3- Mesure de la conductance thermique électrique.....	161
4- Mesures de sensibilité dans l'infrarouge.....	163
a) <i>Courant d'emballage thermique</i>	163
b) <i>Mesures avec un courant de polarisation de $1\ \mu A$</i>	164
c) <i>Absorption</i>	165
d) <i>Linéarité de la réponse optique en fonction du courant de polarisation</i>	167
5- Bande passante.....	167
6- Mesures de bruit.....	168
a) <i>Mesures brutes</i>	168
b) <i>Mesures avec commutation du courant de polarisation</i>	169
c) <i>Mesures avec la régulation de température</i>	171
7- Performances des méandres: sensibilité, bande passante, NEP et détectivité	172
VI- Conclusion	175
1- Comparaison à la littérature.....	175
2- Situation de nos résultats par rapport à Barth et al. [58].....	175
3- Conclusion et perspectives.....	176
Conclusion générale	179
Annexes	181
Références bibliographiques	191
Ouvrages de références	203
Liste des publications	205
Résumé	207
Abstract	208

ABRÉVIATIONS ET SYMBOLES UTILISÉS

YBaCuO	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ}
YSZ	Zircone stabilisée à l'yttrium (ou Ytria-Stabilized-Zirconia) : (ZrO ₂) _x (Y ₂ O ₃) _{1-x}
SHTc	Supraconducteurs à haute température critique
T _c	Température critique à résistance nulle
SQUID	Superconducting Quantum Interference Device
IR	Infrarouge
UV	Ultraviolet
GIR (ou RIE)	Gravure Ionique Réactive (ou Reactive Ion Etching)
MET (ou TEM)	Microscopie Electronique à Transmission (ou Transmission Electron Microscopy)
MEB (ou SEM)	Microscopie Electronique à Balayage (ou Scanning Electron Microscopy)
SIMOX	Separated by IMplanted OXYgen
NEP	Puissance équivalente de bruit (ou Noise Equivalent Power) - [W / $\sqrt{\text{Hz}}$]
S	Sensibilité du détecteur - [V / W] ou [A / W]
τ	Constante de temps de réponse - [s]
D*	Défectivité spécifique - [cm $\sqrt{\text{Hz}}$ / W]
G	Conductance thermique - [W / K]
C	Capacité calorifique - [J / K]
η	Coefficient d'absorption
k _B	Constante de Boltzmann - k _B = 1,38 10 ⁻²³ J / K
k	Conductibilité thermique - [W. K ⁻¹ . m ⁻¹]
ρ	Masse volumique - [kg. m ⁻³]
c	Chaleur spécifique - [J. K ⁻¹ . kg ⁻¹]

INTRODUCTION

Les observations spatiales dans les longueurs d'onde infrarouges de 20 μm à 1 mm sont actuellement limitées par les instruments. Les bolomètres supraconducteurs à haute température critique sont alors intéressants dans la mesure où ils peuvent fonctionner au-dessus de 77 K et, comme pour tous les détecteurs thermiques, leur domaine de détection n'est limité que par l'absorption à la longueur d'onde considérée.

Le bolomètre supraconducteur est généralement utilisé à la température de transition, où la résistance varie brutalement avec la température. La sensibilité des détecteurs en couches minces peut être augmentée en retirant le substrat sous la partie résistive, ce qui réduit leur conductance thermique. Après une analyse de l'état de l'art, nous avons choisi de fabriquer nos bolomètres suspendus à base d'YBaCuO par micro-usinage du substrat de silicium.

Ce travail comprend une partie technologique décrivant la fabrication des structures suspendues YBaCuO et une partie caractérisation et évaluation des performances.

La première phase de l'étude consiste à déposer des films épitaxiés d'YBaCuO sur des substrats de silicium. Nous verrons pourquoi il a été nécessaire d'introduire une double couche tampon CeO_2 / YSZ entre le substrat et l'YBaCuO. Nous décrivons ensuite les trois techniques de micro-usinage que nous avons utilisées.

Les structures suspendues ont été caractérisées en deux étapes. Dans un premier temps, nous avons confronté des mesures réalisées sur des lignes suspendues de différentes dimensions avec le modèle d'écoulement de la chaleur dans les solides. Le modèle, validé par les mesures précédentes nous a alors permis de définir une géométrie de détecteur optimisée. Ses performances dans les domaines de longueur d'onde 3-5 μm et 8-12 μm sont finalement comparées à la littérature.

CHAPITRE 1 - PRÉSENTATION DU SUJET

I - Les supraconducteurs à haute température critique et leurs applications.

1 - Introduction.

En théorie, la résistance d'un matériau supraconducteur soumis à un refroidissement décroît linéairement et devient nulle au-dessous d'une température T_c , appelée température de transition ou température critique (figure 1-1). L'existence de fluctuations thermodynamiques au voisinage de la transition a pour conséquence un arrondissement de la caractéristique, qui est représenté en trait continu sur la figure 1-1. On observe ainsi une diminution de la résistance avant T_c et un pied dans la transition résistive au dessous de T_c . On définit la température critique expérimentale T_c ($R=0$) comme la température où le matériau a effectivement une résistance nulle. Ce pied de transition peut également signaler des défauts tels que des hétérogénéités ou des joints de grains dans le matériau.

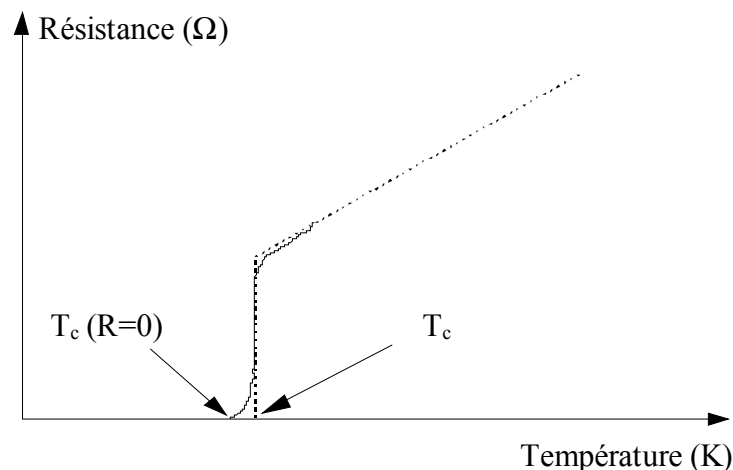


figure 1-1: Transition normal-supraconductrice (trait pointillé) et effet des fluctuations thermodynamiques sur la transition résistive (trait continu).

Les bolomètres supraconducteurs utilisent la brutale chute à zéro de la résistance, qui est l'effet le plus évident du passage de l'état normal à l'état supraconducteur. Pour la compréhension de notre travail, il n'est donc pas nécessaire de détailler les aspects fondamentaux de la supraconductivité, qui sont décrits dans de nombreux ouvrages de références. Nous allons rappeler l'histoire de la supraconductivité afin de bien situer les supraconducteurs à haute température critique (SHTc) par rapport aux matériaux supraconducteurs dits classiques. La découverte des SHTc en 1986 a relancé l'intérêt pour les applications des supraconducteurs. En électronique, les efforts se concentrent essentiellement sur les composants passifs micro-ondes, qui pourraient trouver rapidement des applications

dans le domaine des télécommunications, et sur les circuits actifs Josephson analogiques et logiques. Les détecteurs infrarouges sont également parmi les applications prometteuses, puisqu'ils permettraient de pallier l'absence de détecteurs performants, refroidis à l'azote liquide, dans le domaine de longueurs d'onde supérieures à 20 μm et jusqu'au millimètre. Après la description des principaux détecteurs infrarouges, nous exposerons le principe du bolomètre supraconducteur, ses caractéristiques et les principaux critères de qualité. Enfin, en faisant référence à la littérature, nous expliquerons pourquoi nous avons choisi la technologie de micro-usinage du silicium pour fabriquer nos microbolomètres suspendus YBaCuO.

2 - Historique de la supraconductivité.

Une histoire complète de la supraconductivité est donnée en référence [1]. Nous allons seulement en rappeler les principales étapes. H. Kamerlingh Onnes découvre la supraconductivité à Leiden en 1911 dans le mercure refroidi à 4 K, peu de temps après qu'il ait réussi à liquéfier l'hélium [2]. En 1933, W. Meissner et R. Ochsenfeld, à Berlin, trouvent que les supraconducteurs expulsent le champ magnétique, propriété connue sous le nom d'effet Meissner [3]. L. Cooper de l'Université de l'Illinois, montre en 1956 que le courant supraconducteur est composé de paires d'électrons, appelées paires de Cooper [4], et en 1957, J. Bardeen, L. Cooper et J. Schrieffer développent une théorie microscopique de la supraconductivité pour les métaux, appelée théorie BCS [5]. B. Josephson, de l'Université de Cambridge, prédit en 1962 le passage par effet tunnel de paires de Cooper à travers une fine couche de matériau diélectrique placée entre deux électrodes supraconductrices [6]. Ce phénomène a conduit au développement de la jonction Josephson, élément clé de l'électronique supraconductrice à basse température.

L'histoire des SHTc commence en 1986 avec la découverte des céramiques supraconductrices par K. Muller et J. Bednorz de IBM à Zurich. Le matériau $(\text{La,Ba})_2\text{CuO}_4$ se montre alors supraconducteur à 35 K [7]. Depuis 1987, avec $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ et $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$, de T_c 92 K, 110 K et 125 K respectivement, la température critique des matériaux supraconducteurs dépasse la température de l'azote liquide. Depuis 1993, de nouveaux matériaux à base de mercure [8, 9] présentent des températures critiques de 133 K, et même 164 K sous pression [10]. Par ailleurs, certaines anomalies observées sur des cuprates [11], et sur les phases dites infinies, élaborées couche par couche [12], laissent présager d'une supraconductivité à plus haute température. La figure 1-2 résume l'évolution de la température critique en fonction du temps.

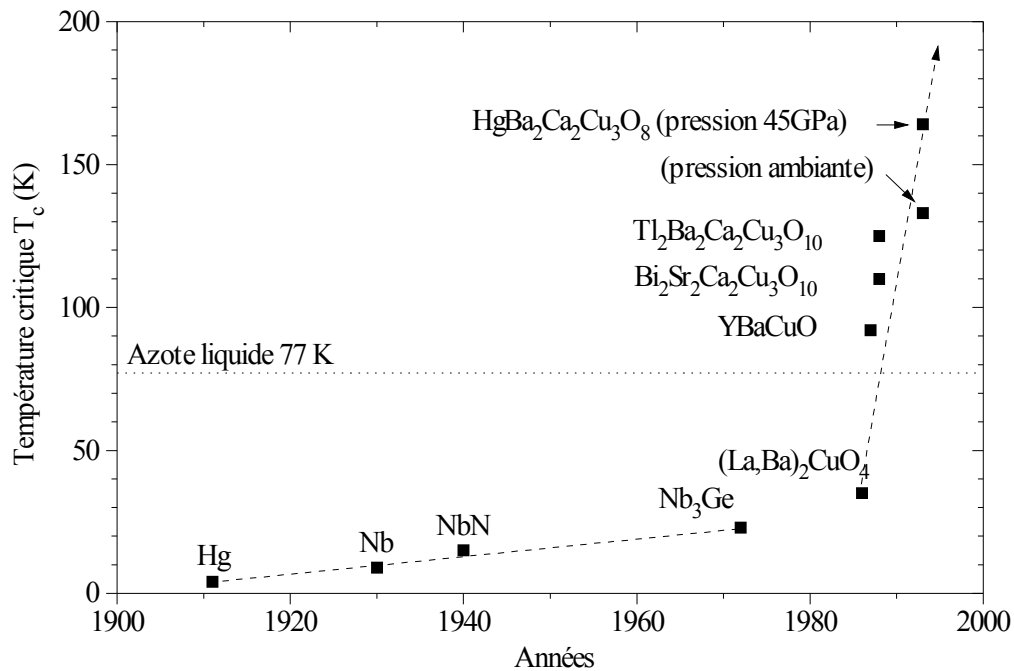


figure 1-2: Evolution de la température de transition des matériaux supraconducteurs.

La perspective de moyens de refroidissement plus simples et moins coûteux, stimule toujours la recherche de matériaux de plus haute température critique [13]. Actuellement, l'YBaCuO est le composé monphasé dont on contrôle le mieux l'élaboration. Il est aussi le matériau le plus utilisé dans les applications électroniques en couches minces même si sa température critique n'est pas la plus haute. L'azote liquide à 77 K peut suffire dans certains cas, tels que les bolomètres sur la transition. Cependant, d'autres applications ne se montrent compétitives qu'à une température de travail d'environ la moitié de T_c , et imposent alors, si l'on veut travailler à 77 K, l'usage de matériaux de $T_c = 150$ K.

3 - Les applications des SHTc aujourd'hui.

Pour s'imposer face aux technologies concurrentes, les systèmes à base de SHTc doivent présenter des performances supérieures, un faible coût, une bonne fiabilité et répondre à une large demande du marché. Selon un rapport de l'OTA (Office of Technology Assessment) [14], les meilleures chances de développement d'applications à base de SHTc seraient, à court terme (5-10 ans): l'électronique, les télécommunications (antennes, filtres, lignes à retard), la défense et le spatial (détecteurs); à moyen terme (10-15 ans): des applications médicales et industrielles; à plus long terme (plus de 15 ans): l'électronique de forte puissance. Les avantages potentiels des SHTc, comparés aux semiconducteurs, sont les suivants [15]:

- faible résistance de surface pour des applications en hyperfréquences (du domaine sub-millimétrique au centimétrique).
- faible niveau de bruit utilisé en détection (SQUID biomédical).
- faible tension de fonctionnement (quelques mV) qui permet de réaliser des circuits actifs à faible niveau de consommation.
- commutation ultra-rapide pour des applications en logique (jonction Josephson).
- fonctionnement entre 50 et 90 K avec des cryogénérateurs autonomes (et hybridation possible avec des semiconducteurs classiques qui sont également refroidis).

La technologie des supraconducteurs à basse température critique est bien maîtrisée aujourd'hui, ce qui permet la commercialisation de certains produits. On peut citer par exemple des composants en niobium: des SQUIDs vendus par la société Conductus [16], ou encore l'amplificateur à SQUID d'Hypres [17]. A l'observatoire du Pic de Bure, l'IRAM (Institut de Radioastronomie Millimétrique de Grenoble) utilise avec succès des mélangeurs à base de jonctions Nb / AlO_x / Nb, qu'ils fabriquent eux-mêmes. D'autre part, notre laboratoire est impliqué dans un projet de l'ESA pour la réalisation de mélangeurs à base de jonctions en NbN fonctionnant à 1,5 THz. De façon plus large, les SQUIDs sont largement employés pour la détection de champs magnétiques extrêmement faibles, appliquée à la médecine, la géologie, la défense ou la recherche scientifique. Ces quelques exemples sont loin d'être exhaustifs mais donnent un aperçu des applications envisageables. Une démarche naturelle peut être de reproduire avec les SHTc ce qui fonctionne bien à basse température, avec l'espoir de réduire leur coût et de simplifier leur utilisation. Bien sûr, cette idée ne s'applique pas aux dispositifs où la basse température de travail est imposée par le très faible niveau de bruit requis, tels que des bolomètres pour la détection de particules fonctionnant à 100 mK et moins, ou des amplificateurs à SQUID appliqués à la détection RMN [18].

Il apparaît alors que l'obtention de jonctions à base de SHTc représente un enjeu technologique considérable, entre autres pour la réalisation de SQUIDs, qui sont constitués de deux jonctions Josephson. Plusieurs entreprises commercialisent déjà des composants SHTc, tels que des dispositifs micro-ondes (résonateurs, filtres) ou des microbolomètres destinés au spatial ou à des applications spectroscopiques (Conductus, Superconducting Technologies, Hypres). La technologie à base de supraconducteurs à haute température critique est encore très jeune et devra faire preuve à la fois de ses bonnes performances et de la fiabilité de sa technologie pour se développer.

II -Les détecteurs infrarouges.

Le domaine de longueurs d'onde infrarouges considéré est compris entre 1 et 100 μm .

1 - Principales caractéristiques des détecteurs.

a) La sensibilité: S .

La fonction principale d'un détecteur est de convertir un signal optique en une forme d'information ou d'énergie plus facilement amplifiable et mesurable [19]. Cette énergie est le plus fréquemment de nature électrique. On définit ainsi la sensibilité S (ou la réponse) d'un détecteur, comme étant le facteur de conversion du signal électrique de sortie par rapport à la puissance du signal lumineux reçu. Ce paramètre est exprimé en volt / watt (V / W), ou ampère / watt (A / W), selon la nature du signal de sortie.

b) La constante de temps de réponse: τ .

La constante de temps de réponse τ d'un détecteur, exprimée en seconde, traduit la rapidité avec laquelle il est capable de convertir le signal lumineux en signal électrique, soit la dépendance de la sensibilité en fonction de la fréquence de modulation du signal incident. Nous l'appellerons parfois constante de temps ou temps de réponse par abus de langage. Elle indique en fait le temps minimum qui doit séparer deux signaux consécutifs pour qu'ils soient différenciés par le détecteur. C'est un facteur limitant du débit d'information que peut recevoir le capteur.

c) Le bruit du détecteur: e_n ou i_n .

La tension e_n , ou le courant i_n , de bruit du détecteur expriment les fluctuations du signal de sortie du détecteur soumis à aucune excitation lumineuse. Lorsque le bruit est mesuré sur toute la gamme des fréquences, il est exprimé en volt ou en ampère. Cependant, il est très souvent ramené à une bande de fréquence de largeur 1 Hz, centrée sur une fréquence moyenne, et appelé densité spectrale de bruit en volt / $\sqrt{\text{hertz}}$ ($V / \sqrt{\text{Hz}}$), ou ampère / $\sqrt{\text{hertz}}$ ($A / \sqrt{\text{Hz}}$).

d) La puissance équivalente de bruit: NEP.

La puissance équivalente de bruit NEP (Noise Equivalent Power) détermine la plus petite valeur de puissance détectable par le capteur dans une bande passante de 1 Hz, c'est à dire le seuil de détection de puissance de façon à avoir un rapport signal sur bruit égal à un. Elle est définie par le rapport de la densité spectrale de bruit sur la sensibilité:

$$\text{NEP} = \frac{e_n}{S_v}, \quad \text{ou} \quad \text{NEP} = \frac{i_n}{S_i} \quad (\text{en } W / \sqrt{\text{Hz}}) \quad (1-1)$$

e) *La détectivité spécifique: D^* .*

Le NEP est un paramètre couramment employé, mais il dépend de la géométrie et ne permet de comparer que des détecteurs ayant des surfaces de détection identiques. Lorsque ce n'est pas le cas, on utilise la détectivité spécifique qui est une caractéristique normalisée en surface. Elle est égale au rapport de la racine carrée de la surface de détection A sur le NEP:

$$D^* = \frac{\sqrt{A}}{\text{NEP}} \quad (\text{en cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}) \quad (1-2)$$

f) *Autres caractéristiques.*

Afin de comparer les performances des détecteurs dans leur ensemble, il est intéressant de définir un paramètre tenant compte à la fois de la détectivité D^* et de la constante de temps de réponse τ . Nous utiliserons par la suite le rapport $D^* / \sqrt{\tau}$ indépendant du temps (en cm / J).

Les détecteurs sont également caractérisés par un angle solide d'acceptance, lorsque la sensibilité dépend de l'angle d'incidence de l'excitation lumineuse, et par la sensibilité spectrale, qui traduit la dépendance de la sensibilité en fonction de la longueur d'onde incidente.

2 - Classification selon le principe de détection utilisé.

Nous décrivons ici brièvement le principe de détection utilisé par chaque type de détecteur [19]. Leurs performances sont rassemblées sur la figure 1-4, en fin de ce paragraphe.

a) *Détecteurs thermiques.*

La lumière incidente est détectée par l'élévation de température qu'elle provoque dans le capteur. L'échauffement est alors mesuré par un thermomètre, qui utilise la variation rapide d'une propriété électrique ou physique d'un matériau avec la température. Les variations spectrales de la sensibilité ne dépendent que des variations de l'absorption du corps du détecteur chauffé par le rayonnement en fonction de la longueur d'onde. Il n'y a donc pas de limite au domaine spectral de détection.

On trouve parmi eux les **thermopiles**, qui utilisent la tension produite par la différence de température entre deux jonctions constituées de matériaux aux pouvoirs thermoélectriques différents (effet Seebeck). L'une des jonctions est maintenue à la température ambiante, tandis que l'autre s'échauffe. Cette dernière doit être thermiquement isolée de façon à amplifier son échauffement. Ce type de détecteur fonctionne sans source de polarisation. Plusieurs couples thermoélectriques sont très souvent connectés en série afin d'augmenter la réponse. Il existe trois types de thermopiles:

- thermopiles à lames métalliques: Des feuilles minces d'alliages (constantan, manganine, ...) sont montées en forme de méandre sur un support, de façon à maintenir les jonctions d'ordre impair à la température ambiante, tandis que les jonctions d'ordre pair sont thermiquement isolées. Ces détecteurs sont utilisés pour la détection de rayonnements intenses, car ils sont peu sensibles, lents mais très robustes.
- thermopiles à couples semiconducteurs (de Schwarz): Une feuille d'or mince est soudée sur deux plots prismatiques de semiconducteurs (figure 1-3-a). La détectivité et la vitesse de réponse sont élevées, mais ce type de détecteur est relativement fragile. Ces thermopiles sont conçues pour la radiométrie de signaux faibles avec modulation de l'excitation, amplification et détection synchrone.

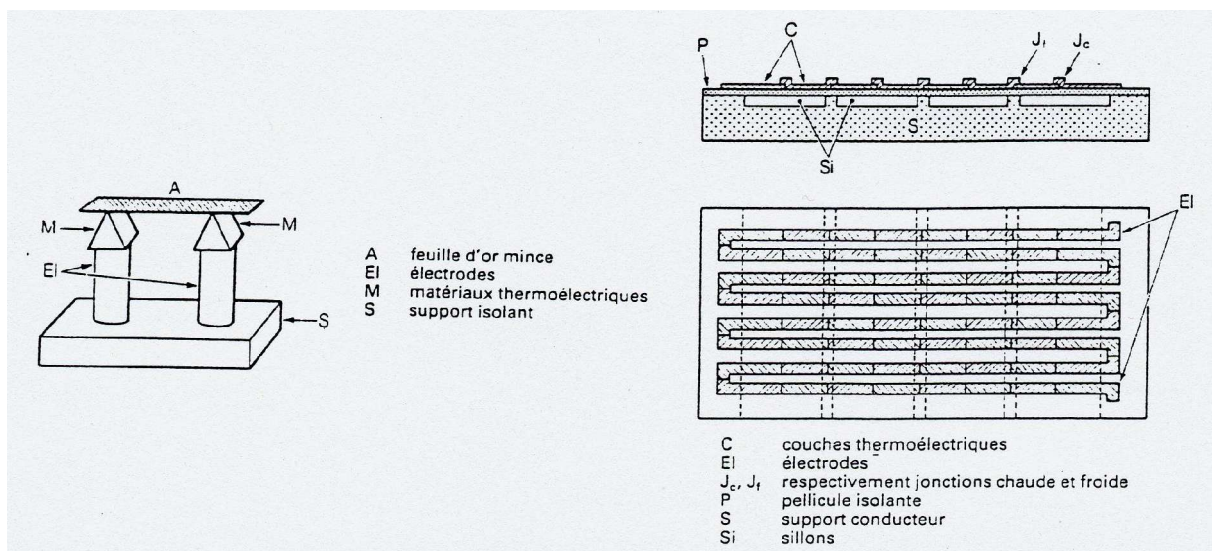


figure 1-3: a) Thermopiles de Schwartz

b) Thermopiles à couches minces

- thermopiles à couches minces: Les matériaux, généralement des métaux, des semi-métaux (Sb, Bi, Te), ou des semiconducteurs (Bi₂Te₃), sont déposés sur un substrat isolant mince (Mylar, Kapton, Al₂O₃, ...). Seules les jonctions dites froides sont liées au substrat (figure 1-3-b). Ces détecteurs sont sensibles et relativement rapides.

Les détecteurs **pyroélectriques** utilisent un effet qui se manifeste dans certains cristaux isolants, qui consiste en un déplacement global de la charge électronique par rapport aux noyaux (charge positive) en fonction de la température. Un préamplificateur à transistor à effet de champ est souvent inclus dans le même boîtier que le détecteur. Ils ont de bonnes performances de 10 Hz jusqu'à 1 kHz. Leur coût relativement bas et la facilité de leur mise en œuvre leur permettent d'être largement utilisés, notamment pour la détection de présence.

Dans les **détecteurs pneumatiques**, la chaleur produite par l'absorption du rayonnement provoque l'augmentation du produit pression \times volume d'une petite masse de gaz enfermée dans une enceinte étanche. On observe ensuite la déformation d'une membrane par variation d'une capacité (détecteur de Luft) ou optique (détecteur de Golay). Ce capteur est un élément complet puisqu'il comprend son propre amplificateur. Ils ne sont sensibles qu'à des rayonnements modulés de quelques hertz à une centaine de hertz, et ont une très bonne détectivité. Cependant, ils ne sont plus fabriqués couramment aujourd'hui.

Enfin, les **bolomètres** utilisent comme thermomètre la variation de la résistance d'un matériau avec la température. Il est alors nécessaire de les polariser pour mesurer une réponse. Nous détaillerons leur fonctionnement au paragraphe III.

b) Cellules photoconductrices.

Lorsqu'un électron, d'énergie supérieure à l'énergie de liaison des électrons de valence, pénètre dans un semiconducteur, son absorption libère un électron. Ce phénomène augmente la conductivité du matériau et est appelé la photoconductivité. La cellule photoélectrique se comporte comme une résistance électrique dont la valeur dépendrait du flux qu'elle reçoit, et nécessite une source de polarisation. La longueur d'onde détectable est limitée par le seuil du matériau utilisé. Les détecteurs HgCdTe par exemple ne sont plus sensibles aux longueurs d'onde supérieures à 11 μm environ.

c) Détecteurs à photoémission électronique.

Les photocathodes sont les éléments essentiels de tous les détecteurs à photoémission. Elles sont constituées d'une couche mince de semiconducteur déposée sur un support métallique ou transparent. Le rayonnement provoque la sortie des électrons du semiconducteur. La photoémission d'électrons présente alors l'énorme avantage de permettre une forte amplification de la réponse en accélérant les électrons libérés dans le vide par une forte tension. Ces capteurs ne fonctionnent qu'en dessous de 1 μm .

3 - Résumé des performances.

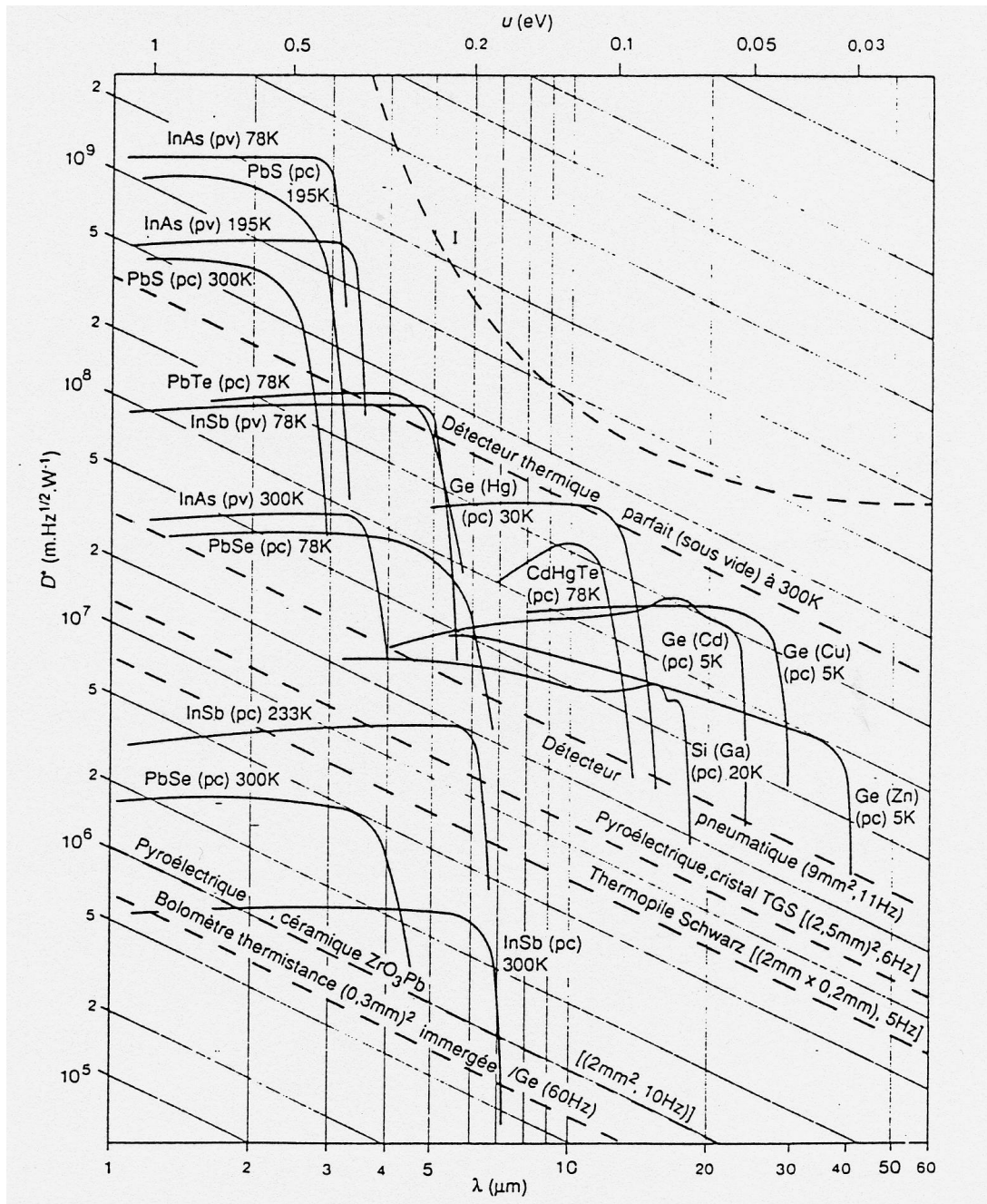


figure 1-4: Détectivité spectrale D^* de détecteurs pour l'infrarouge [19].

La figure 1-4 rassemble les détectivités spectrales des détecteurs décrits précédemment. On peut citer également des détecteurs pyroélectriques et des cellules de Golay de détectivités $3,7 \cdot 10^9$ et $3,6 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ à 6,5 Hz [20], et des thermopiles de type Schwarz atteignant des détectivités de $4 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ pour des constantes de temps de 40 ms [21]. Le Laboratoire d'Infrarouge du LETI (LIR) fabrique des détecteurs photovoltaïques

HgCdTe, refroidis à 77 K, ayant des détectivités de $2 \cdot 10^{11} \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ jusqu'à 10 μm [22]. Les détectivités obtenues par ces détecteurs sont élevées et satisfont à de nombreuses applications, telles que la vision nocturne qui demande une bonne sensibilité dans le proche infrarouge (jusqu'à 10 μm). C'est dans les plus grandes longueurs d'onde infrarouges (au delà de 20 μm) que l'on constate un problème. En effet, les explorations spatiales demandent des matrices de détecteurs de plus en plus sensibles, de large format et à deux dimensions, et il n'existe pas de technologie monolithique comparable à celle des matrices de détecteurs photovoltaïques.

III -Les bolomètres.

1 - Principe du bolomètre.

Le bolomètre est un détecteur thermique qui utilise comme thermomètre la dépendance de la résistance avec la température. Dans les bolomètres monocorps (figure 1-5-a), le substrat fait partie du thermostat. L'absorption peut être réalisée par le thermomètre lui-même, ou bien par un film absorbant ou une antenne déposés sur le film thermomètre. Dans les bolomètres composites au contraire, (figure 1-5-b), le substrat ne fait pas partie du thermostat. L'absorbant situé sur la face arrière du substrat peut être un film ou une antenne.

Les antennes sont planaires dans le domaine des longueurs d'onde supérieures à 100 μm . Au-dessous, on utilise des lentilles ou des miroirs. L'utilisation d'une antenne est très intéressante car elle permet de réduire la taille du thermomètre et ainsi sa capacité calorifique. L'antenne collecte le rayonnement incident et chauffe sa charge, constituée par le thermomètre. Afin de récupérer le maximum de puissance, l'impédance de la charge doit avoir une partie réelle égale à la résistance de l'antenne et une partie imaginaire nulle ou négligeable devant la partie réelle [23].

Dans le cas des supraconducteurs, la caractéristique de variation de la résistance en fonction de la température est particulièrement intéressante dans la transition entre l'état normal et l'état supraconducteur. Grâce à la brutale chute de résistance, il suffit d'une petite variation de température pour entraîner une grande variation de résistance. Si le bolomètre est polarisé en courant, on obtient un signal de tension de forte amplitude. Plus la transition résistive est étroite, plus la sensibilité sera élevée, mais plus la stabilité de la température de travail devra être grande.

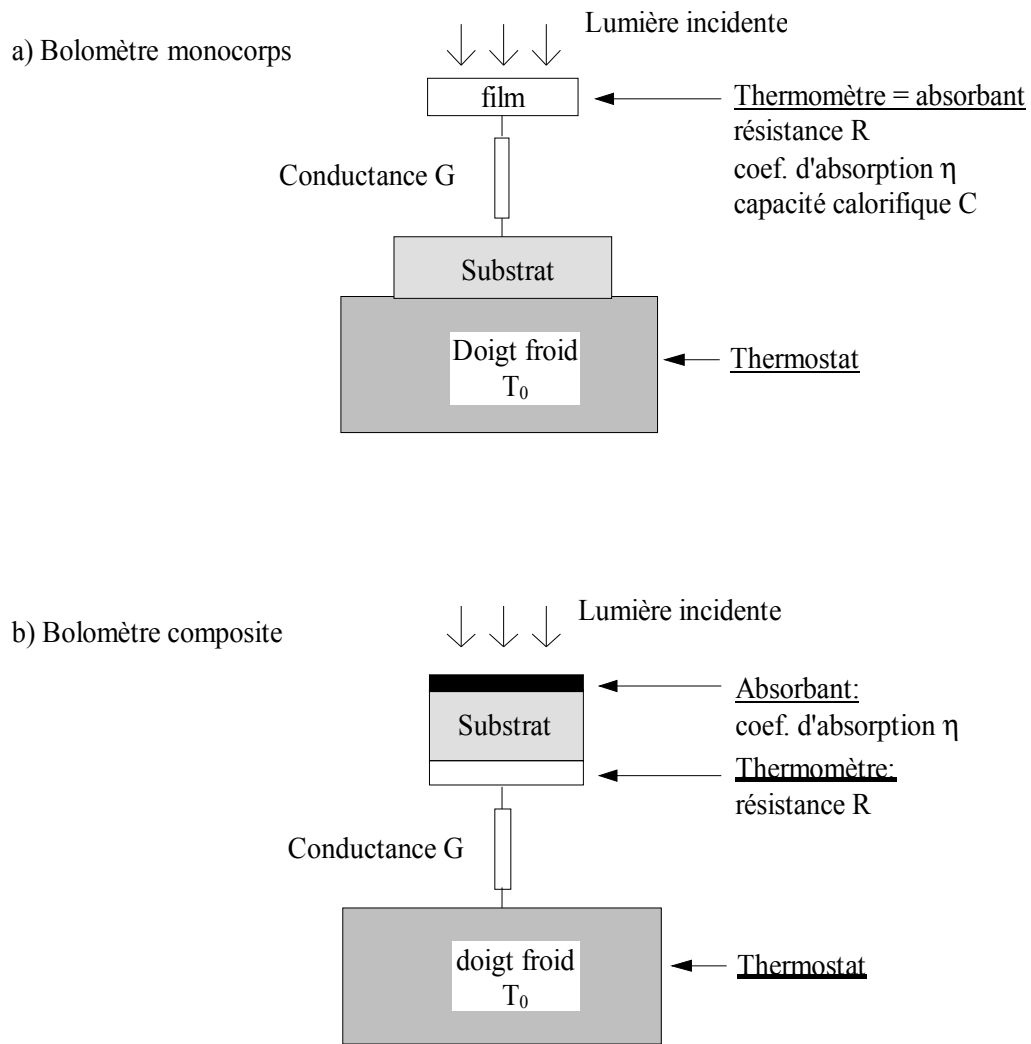


figure 1-5: Schéma de principe d'un bolomètre monocorps et un bolomètre composite.

2 - Historique des bolomètres.

Une revue des bolomètres infrarouges existants est donnée par Richards en référence [24]. Le développement des bolomètres a été aidé par les nombreuses études sur les résistances des matériaux, qui ont facilité leur optimisation et le choix des matériaux. L'histoire des bolomètres a vraiment commencé avec l'introduction de bolomètres résistifs à base de carbone par Boyle et Rogers [25]. Vis à vis des cellules de Golay, ces détecteurs sont peu chers et faciles à fabriquer. Ils ont été largement utilisés pour les mesures des propriétés infrarouges des matériaux à basse température, puisque le détecteur pouvait être placé dans le cryostat, proche de l'échantillon étudié. Grâce à ses propriétés stables et reproductibles, mais surtout de son faible bruit, le germanium fortement dopé a été appliqué à l'astronomie infrarouge dans les moyennes et grandes longueurs d'onde, ainsi que pour la spectroscopie dans les laboratoires [26]. Clarke et al. [27] ont beaucoup progressé en utilisant un film absorbant en bismuth. Leur détecteur, qui utilisait un thermomètre supraconducteur en

aluminium, a pu atteindre les limites du bruit de fluctuation thermique. En 1984, Downey et al. [28] ont fabriqué un thermomètre par dopage et micro-usinage du silicium. Ces bolomètres de très faible bruit sont toujours utilisés dans la détection infrarouge, ainsi que dans des calorimètres pour rayons X. Actuellement, de nombreux groupes étudient des bolomètres à base de supraconducteurs à haute température critique, et nous verrons en quoi cela est intéressant.

3 - Identification de quelques besoins en détecteur IR auxquels les SHTc pourraient répondre.

L'intérêt pour une nouvelle technologie de détecteur est très justifié dans la mesure où les observations dans les longueurs d'onde infrarouge jusqu'à 1 mm sont actuellement limitées par la sensibilité des instruments. Depuis la thermopile utilisée sur la sonde Voyager/IRIS de détectivité $D^* = 0,9 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ [29], il n'y a pas eu de progrès significatifs concernant les performances de détecteurs modérément refroidis ($T > 80 \text{ K}$). Brasunas et al. [30] expliquent alors que des détectivités supérieures à $D^* = 7 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ dans les grandes longueurs d'onde permettrait de progresser dans la détermination des hydrocarbures et nitrures déjà détectés dans l'atmosphère de Titan, mais aussi de découvrir de nouvelles espèces. Les seuls détecteurs suffisamment sensibles fonctionnent au mieux à la température de l'hélium liquide. Un tel refroidissement est impossible à réaliser dans le cadre des missions spatiales lointaines, où la masse embarquée est sévèrement limitée. Si on considère un refroidissement par radiation (passif), ou par cryogénérateur, la température de travail du détecteur doit être comprise entre 65 et 90 K. C'est ainsi que de nombreuses équipes, dont Brasunas et al., se tournent vers les bolomètres SHTc [31]. L'idée d'utiliser des SHTc pour fabriquer des bolomètres est apparue très vite après leur découverte [32, 33]. Comme exposé par Verghese et al. [34], ces détecteurs, qui fonctionnent à 77 K, laissent entrevoir des performances comparables aux détecteurs HgCdTe jusque dans les longueurs d'onde millimétriques (figure 1-6).

D'autres projets spatiaux envisagent l'utilisation de bolomètres à haute température critique. En 1994, Chance et al. [35] exposent le projet OHIO (OH Interferometer Observations) basé sur un spectromètre de type Fabry-Perot pour mesurer les radicaux OH dans l'atmosphère terrestre depuis un satellite. Leur instrument a besoin d'un détecteur SHTc de NEP approchant $10^{-12} \text{ W} / \sqrt{\text{Hz}}$. Fenner et al. [36, 37] propose une nouvelle sorte de

spectromètre basé sur des bolomètres SHTc sur des substrats de silicium micro-usinés. Enfin, il existe des besoins dans de nombreuses applications utilisant des détecteurs infrarouges. Un groupe de l'Université de Québec nous a fait part de ses besoins en détecteur infrarouge de surface sensible de 1 mm^2 , et de NEP meilleur que $10^{-11} \text{ W}/\sqrt{\text{Hz}}$, pour le développement d'un appareil de caractérisation de matériaux diélectriques basé sur l'absorption de l'infrarouge lointain. Jusqu'à présent, ils utilisaient les cellules de Golay et des détecteurs pyroélectriques. L'impossibilité de se procurer des cellules de Golay et la faible sensibilité des pyroélectriques les poussent à rechercher de nouvelles solutions, autres que des détecteurs refroidis à 4,2 K.

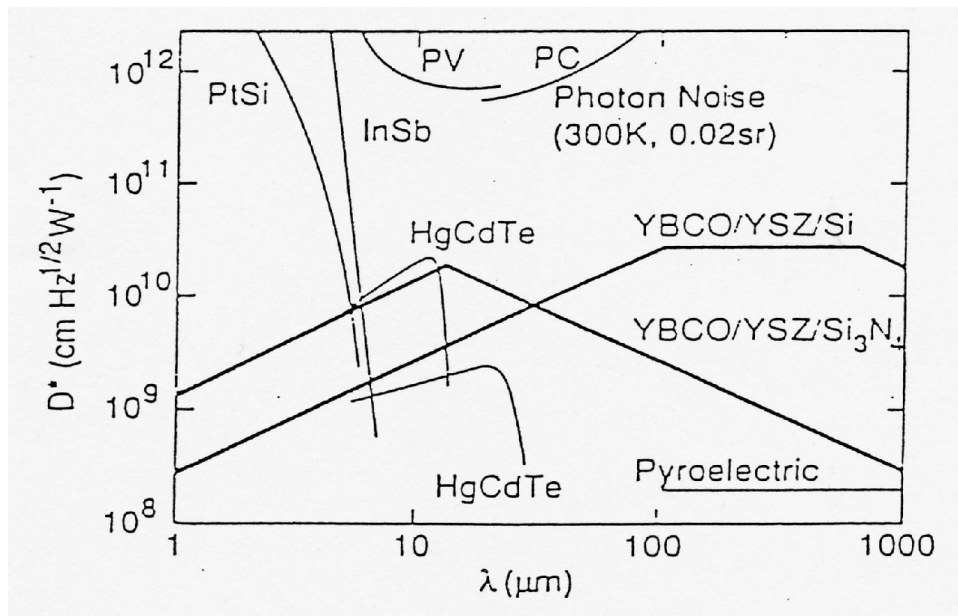


figure 1-6: Détectivités spécifiques D^* en fonction de la longueur d'onde, d'après Verghese [32]. Les résultats obtenus avec des détecteurs InSb, PtSi, HgCdTe sont comparés avec les calculs de détectivités de bolomètres SHTc, réalisés en considérant les plus petites valeurs de conductances thermiques et capacités calorifiques possibles et des mesures de bruit.

4 - Expression élémentaire de la sensibilité d'un bolomètre.

La sensibilité d'un bolomètre peut s'exprimer en fonction de ses caractéristiques fondamentales:

- La **conductance thermique** G en W / K , qui définit le lien thermique entre le bolomètre et son environnement. Il est évident que plus ce lien est faible, plus l'échauffement dans le bolomètre sera grand et donc plus il sera sensible.
- La **capacité calorifique** C en J / K . Elle se calcule à partir de la chaleur spécifique c (en $J.K^{-1}.kg^{-1}$) des matériaux utilisés par: $C = c \times \rho \times \text{volume}$, où ρ est la masse volumique (en $kg.m^{-3}$).
- La **dérivée de la résistance** $\frac{dR}{dT}$ (en Ω / K) qui est le thermomètre. On définit aussi le

coefficient de température β (en K^{-1}) par $\beta = \frac{1}{R} \times \frac{dR}{dT}$.

- Le **coefficient d'absorption** η de la structure.
- Le **courant de polarisation** I traversant le bolomètre (en A).
- La fréquence de modulation de la lumière incidente f (en Hz) ou la **pulsation** $\omega = 2\pi \times f$ (en s^{-1}).

Réalisons tout d'abord un bilan énergétique du système lié à son thermostat, selon un modèle élémentaire assez classique [32, 33]. L'énergie accumulée dans le bolomètre pendant le temps dt provoque une élévation de température dT et vaut $C \times dT$. Elle est égale à la différence entre l'énergie lumineuse reçue: $\eta \times P(t) \times dt$ et l'énergie évacuée vers le thermostat de température T_0 à travers le lien thermique G : $G \times (T - T_0) \times dt$. On obtient:

$$C \times dT = \eta \times P(t) \times dt - G \times (T - T_0) \times dt \quad (1-3)$$

Dans le cas d'une polarisation en courant, en considérant une puissance lumineuse sinusoïdale modulé à la pulsation ω , la sensibilité en tension s'écrit:

$$S_V = \frac{\Delta V}{\Delta P} = \frac{\eta \times I}{G + j\omega C} \times \frac{dR}{dT} \quad (1-4)$$

On définit alors la constante de temps de réponse: $\tau = \frac{C}{G}$.

5 - Sources de bruit

Les différentes sources de bruit que l'on peut trouver dans un bolomètre ont trois origines: les rayonnements échangés avec le milieu ambiant, la chaleur échangée avec le thermostat et les bruits électroniques classiques [24, 32, 33, 34, 0]. Les contributions au NEP d'un bolomètre de résistance R , de sensibilité S_v , à la température T , sont :

- le bruit de Johnson, qui représente le bruit de résistance R :

$$NEP_J^2 = \frac{4k_B TR}{S_v^2} \quad (1-5)$$

- le bruit de phonons, d'origine thermodynamique, traduit les fluctuations autour d'une valeur moyenne du nombre de phonons échangés entre le thermostat et le bolomètre à travers la conductance thermique G :

$$NEP_P^2 = 4k_B T^2 G \quad (1-6)$$

- le bruit de la chaîne de mesure. Il contribue au bruit total mesuré, mais c'est un bruit bien identifié. On peut soustraire sa contribution pour ne retenir que le bruit propre au capteur, ou l'éliminer dans les mesures en traitant le signal:

$$NEP_A^2 = \frac{e_n^2 + (Ri_n)^2}{S_v^2} \quad (1-7)$$

- le bruit en $1/f$: $NEP_{1/f}$, qui est un bruit excédentaire très souvent présent dans les films jusqu'à quelques kHz et dont l'origine est mal connue. Dans les matériaux supraconducteurs à haute température critique, il peut apparaître au niveau des joints de grains des céramiques, et dans les films mal épitaxiés [32].
- les bruits de photons, de valeurs négligeables en pratique. Ce sont le bruit de photons émis par le détecteur, et le bruit produit par les photons émis par l'environnement et reçus par le capteur. Ce dernier bruit peut être facilement réduit par l'utilisation d'écrans refroidis.

La puissance équivalente de bruit NEP du bolomètre peut finalement s'écrire comme la somme quadratique des différents bruits majoritaires, puisque ceux-ci sont statistiquement indépendants:

$$NEP = \sqrt{\frac{4k_B TR}{S_v^2} + 4k_B T^2 G + \frac{e_n^2 + (Ri_n)^2}{S_v^2} + NEP_{1/f}^2} \quad (1-8)$$

6 - Spécificité des bolomètres supraconducteurs.

a) Emballlement thermique.

Contrairement aux semiconducteurs, où l'apport de lumière améliore la conductivité donc diminue la résistance, la résistance d'un supraconducteur augmente avec la température. Cela a pour conséquence de rendre les bolomètres supraconducteurs fragiles puisqu'ils sont alors soumis à un risque de destruction par emballement thermique, lorsqu'ils sont polarisés en courant. Cherchons à exprimer les conditions propices à cet emballement thermique. Si on considère que la puissance $P(t)$ reçue par le bolomètre est la somme de la puissance électrique dissipée dans le bolomètre $R(T) \times I^2$ et de la puissance optique reçue modulée à la pulsation ω : $P_{opt} = \eta \times (P_1 + P_2 \times \cos(\omega t))$, on obtient:

$$C \times dT = R(T) \times I^2 \times dt + \eta \times (P_1 + P_2 \times \cos(\omega t)) \times dt - G \times (T - T_0) \times dt \quad (1-9)$$

Dans le cas d'une polarisation en courant, l'expression de la sensibilité en tension devient:

$$S_V = \frac{\eta \times I}{\left(G - I^2 \times \frac{dR}{dT} \right) + j\omega C} \times \frac{dR}{dT} \quad (1-10)$$

La conductance thermique G que l'on a considérée dans la formule (1-4) peut être assimilée à une conductance effective. Un emballement thermique se produit lorsque la conductance thermique effective n'est plus suffisante pour évacuer la chaleur reçue. A partir de la formule (1-10), nous déduisons donc une condition limite sur le courant de polarisation:

$$I_{emb} = \sqrt{\frac{G}{dR / dT}} \quad (1-11)$$

Le dépassement de ce courant peut entraîner la destruction du capteur. Verghese en référence [34] suggère de respecter la condition $I < \sqrt{0,3} \times I_{emb}$ de façon à ne pas échauffer le bolomètre par le passage du courant de polarisation, et d'être ainsi à l'abri d'un emballement thermique. Considérons maintenant l'expression de la sensibilité en température $\Delta T / \Delta P$ dans le cas d'une polarisation en tension:

$$S_T = \frac{\Delta T}{\Delta P} = \frac{1}{\left(G + \frac{V^2}{R^2} \times \frac{dR}{dT} \right) + j\omega C} \quad (1-12)$$

Cette configuration est très intéressante puisque cette fois, le terme $G + \frac{V^2}{R^2} \times \frac{dR}{dT}$ étant toujours positif, le risque de destruction par emballement thermique n'existe plus. Nous

pouvons expliquer cela plus simplement encore en considérant l'évolution de la puissance dissipée P dans les deux cas de polarisation:

- en polarisation en courant, où $P = R \times I^2$, un échauffement entraîne une augmentation de résistance qui a pour conséquence d'augmenter à nouveau la puissance dissipée; c'est alors l'emballement thermique.
- en polarisation en tension, où $P = V^2 / R$, un échauffement entraîne toujours une augmentation de résistance, mais qui, cette fois, a pour conséquence de réduire la puissance dissipée; l'emballement thermique est évité.

Nous exploiterons cet avantage au paragraphe IV du chapitre 3, pour étudier le comportement des structures suspendues que nous avons réalisées dans des conditions d'emballement thermique sans les endommager.

b) Fonctionnement en polarisation en tension: thermomètre dI_c / dT

La polarisation en tension donne aussi accès à un autre thermomètre: la variation de courant critique avec la température $\frac{dI_c}{dT}$. On utilise toujours la transition normal-supraconducteur, mais le choix de la température de travail est alors plus libre. L'équipe du GREYC à l'ISMRA de Caen a montré que de tels capteurs peuvent fonctionner dans une grande gamme de température, en ayant de bonnes performances $D^* / \sqrt{\tau} = 1,3 \cdot 10^{11} \text{ cm} / \text{J}$, pour des microponts gravés sur des substrats de MgO [38, 39]. Cette idée est aussi proposée par Flik et al. [40]. La sensibilité que l'on mesure alors est une sensibilité en courant et s'écrit, à partir de la formule (1-3):

$$S_I = -\frac{\eta}{G + j\omega C} \times \frac{dI_c}{dT} \quad (1-13)$$

c) Bruit excédentaire d'un film polycristallin

En référence [41], Foote et al. montrent, en comparant les mesures réalisées sur un film polycristallin d'YBaCuO à des calculs correspondant à un film épitaxié (figure 1-7), que le NEP peut être réduit de façon significative à basse fréquence, mais aussi à haute fréquence, par l'utilisation de films épitaxiés.

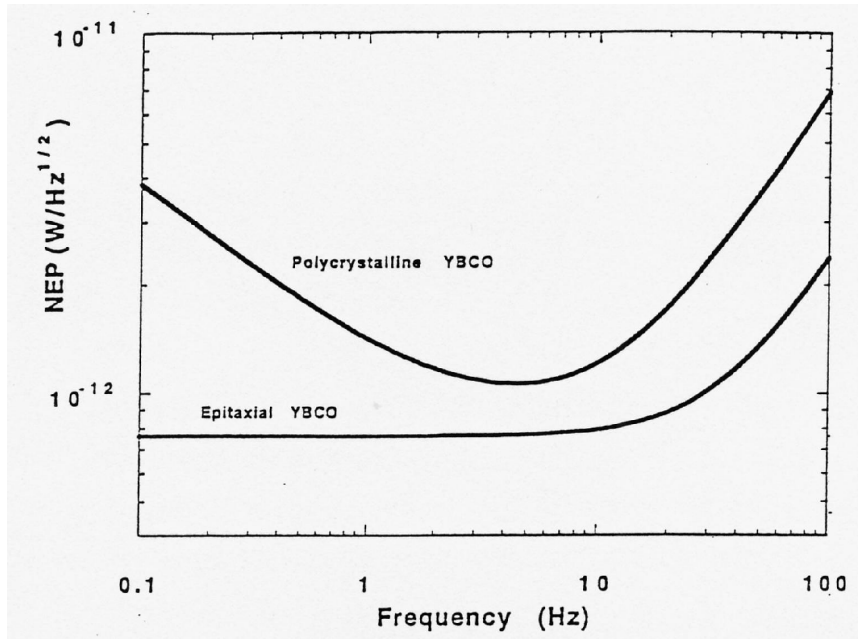


figure 1-7: Illustration de la réduction de bruit obtenu en utilisant un film d'YBaCuO épitaxié par comparaison à un film polycristallin, estimation réalisée par Foote et al. [41].

d) Critères de qualité retenus.

De l'énumération de toutes ces caractéristiques, nous retenons quelques critères de qualité que nous chercherons à satisfaire. Un bon bolomètre à base de SHTc, devra réunir les caractéristiques suivantes:

- une faible conductance thermique G , pour une grande sensibilité.
- un film supraconducteur de transition résistive étroite, pour disposer d'un thermomètre dR / dT très sensible.
- une faible capacité calorifique C , pour un faible temps de réponse
- un film épitaxié, pour réduire le bruit excédentaire intrinsèque de capteur à basse fréquence.

Il apparaît que de nombreux points pourront être satisfaits par des bolomètres suspendus. D'autre part, nous allons travailler avec le matériau YBaCuO, dont l'épitaxie est la mieux maîtrisée en général, et au laboratoire en particulier. Après analyse de l'état de l'art des bolomètres suspendus YBaCuO dans la littérature, nous choisirons alors quelle technologie nous allons développer.

IV -Etat de l'art des bolomètres suspendus YBaCuO.

1 - Substrats polycristallins d'YSZ suspendus.

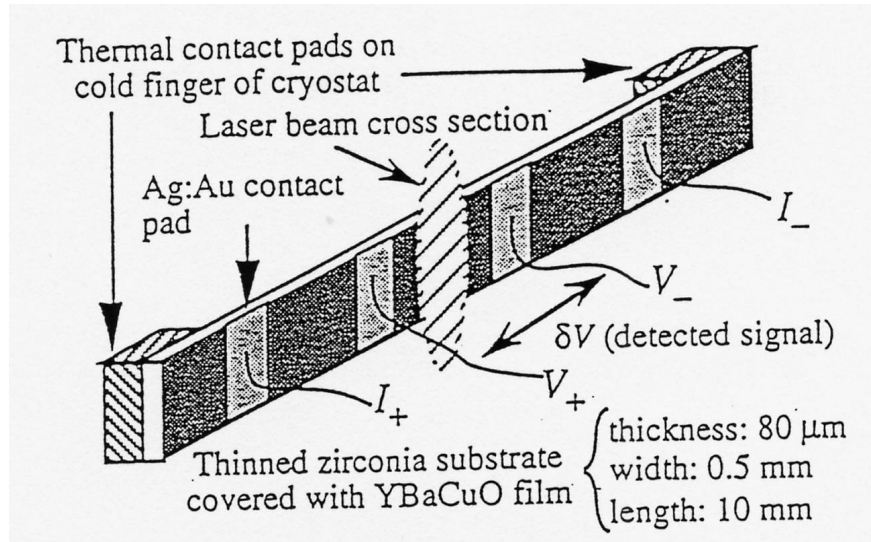


figure 1-8: Description d'un détecteur minipont suspendu de type barrette développé à SUPELEC [42].

L'équipe de A. Kreisler à SUPELEC a développé des minibolomètres suspendus, fabriqués à partir de films minces d'YBaCuO déposés sur des substrats polycristallins de zircone yttrée (YSZ). Ces détecteurs, représentés à la figure 1-8, sont de conception très simple puisque le film n'est pas gravé. Le substrat d'épaisseur $80\ \mu\text{m}$ est de forme rectangulaire et repose sur deux supports à ses extrémités, réalisant ainsi l'isolation thermique. Ce substrat présente l'avantage d'être un substrat économique et de posséder une faible conductibilité thermique, ce qui réduit encore la conductance thermique. Cependant son caractère polycristallin a pour conséquence d'induire un bruit excédentaire important dans l'YBaCuO. La sensibilité étant de l'ordre de $10^{-1}\ \text{V} / \text{W}$, le NEP est d'environ $10^{-9}\ \text{W} / \sqrt{\text{Hz}}$, ce qui donne une détectivité de $6 \cdot 10^6\ \text{cm} \sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ [42].

2 - Substrats de saphir amincis.

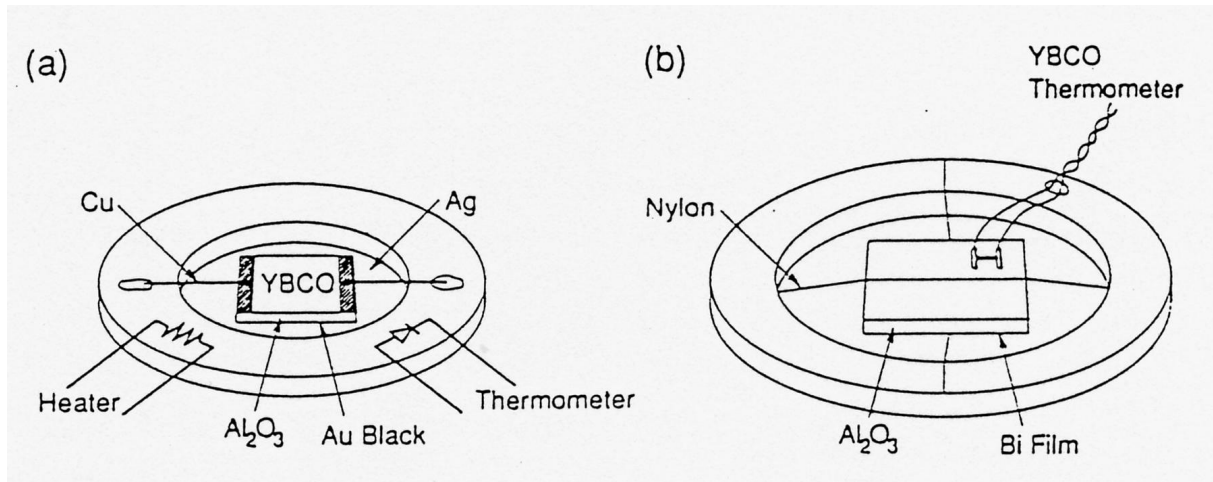


figure 1-9: Description des deux types de bolomètres suspendus sur substrats de saphir amincis; a) détecteur de $1 \times 1 \times 0,02 \text{ mm}^3$; b) détecteur de $3 \times 3 \times 0,02 \text{ mm}^3$ [45].

Vergheese et al. [43, 44, 45] ont fabriqué des bolomètres YBaCuO suspendus à partir de substrats de saphir amincis. Là encore, le substrat est entièrement suspendu. Il est maintenu, soit par des fils de cuivre, soit par des fils de nylons, qui isolent encore mieux le bolomètre (figure 1-9). Les films d'YBaCuO sont épitaxiés et recouverts de films absorbants; de l'or noir pour les longueurs d'onde $\lambda < 100 \text{ }\mu\text{m}$ et du bismuth pour les longueurs d'onde $\lambda > 100 \text{ }\mu\text{m}$. Les dispositifs ainsi réalisés ont des conductances thermiques de l'ordre de $2,7 \cdot 10^{-4} \text{ W / K}$. Des NEP de $2,4 \cdot 10^{-11} \text{ W / }\sqrt{\text{Hz}}$ ont été mesurés sous irradiation d'un laser He-Ne à 632 nm, avec un temps de réponse de 55 ms. La détectivité correspondante est $4,2 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$. Selon le même principe, Brasunas et al. [46] ont construit un bolomètre sur substrat de saphir d'épaisseur 25 μm . Ils ont obtenu de meilleures performances: $D^* = 6 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ et un temps de réponse de 65 ms. Ces détectivités égalent les meilleures performances des thermopiles. C'est une technologie satisfaisante pour réaliser des détecteurs à élément unique, mais, et c'est son principal défaut, elle ne permet pas de fabriquer des matrices de pixels de façon collective.

3 - Substrat de silicium aminci.

Comme le saphir, le silicium est un substrat qui possède de bonnes propriétés mécaniques. Li et al. [47] ont fabriqué des bolomètres YBaCuO sur des substrats de silicium amincis de 25 jusqu'à 4 μm . Le NEP atteint alors vaut $7 \cdot 10^{-10} \text{ W} / \sqrt{\text{Hz}}$, soit une détectivité $D^* = 6,4 \cdot 10^7 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$. Il semble que le NEP soit limité par le bruit de l'amplificateur, mais aussi par de possible dégradations de l'YBaCuO sur des substrats si minces.

4 - Gravure d'une couche sacrificielle.

Une autre solution totalement différente a été étudiée par Lee et al. [48], qui ont fabriqué un pont d'YBaCuO suspendu par gravure d'une couche sacrificielle de SrTiO_3 sous le film d'YBaCuO. Le procédé ne semble pas dégrader la température critique du film suspendu, mais le courant critique se trouve réduit d'un ordre de grandeur environ, probablement par la création de jonctions au niveau des marches. Les auteurs n'ont pas réalisé de mesures optiques, mais cette technique semble trop dégradante pour la fabrication de bolomètres et pas assez reproductible.

5 - Technologies basées sur le micro-usinage du substrat de silicium.

a) Principe.

Toutes les technologies de fabrication précédemment citées sont déjà très performantes puisque des détectivités jusqu'à $6 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ ont été mesurées. Cependant, elles ne s'appliquent qu'à des détecteurs de type élément unique. L'autre inconvénient majeur est leur constante de temps élevée, 55 ms au mieux, à cause de la grande capacité calorifique mettant en jeu l'ensemble du substrat, même s'il est mince.

A Honeywell en 1990, Kruse [49] a proposé d'appliquer la technologie de micro-usinage du silicium, déjà largement utilisée dans la fabrication de capteurs [50], à la fabrication de bolomètres suspendus YBaCuO. Cette idée a été également discutée par Verghese en 1992 [32]. Cette technologie permet une fabrication collective, ce qui est intéressant pour réaliser une matrice de pixels. L'autre avantage, essentiel pour le développement d'une électronique supraconductrice, est donné par l'utilisation du silicium. En effet, en plus de pouvoir profiter de toute l'expérience acquise avec les semiconducteurs, il s'ouvre alors une perspective d'hybridation. Pour les détecteurs, cela permettrait par exemple d'intégrer l'amplificateur sur le même substrat que le bolomètre supraconducteur.

Nous détaillerons l'aspect technologique au chapitre 2, mais nous pouvons d'ores et déjà séparer les techniques existantes en deux approches: l'une consiste à graver le substrat par la face arrière, l'autre par la face avant.

b) Gravure du substrat par la face arrière.

Le bolomètre réalisé par Verghese et al. en 1993 [51] est constitué d'une membrane de silicium de $0,5 \mu\text{m}$ d'épaisseur, supportée par deux bras de dimensions $1000 \times 1000 \times 0,5 \mu\text{m}^3$ (figure 1-10). Cette membrane, qui supporte le film d'YBaCuO et la couche tampon, est obtenue par gravure chimique (KOH) du substrat en face arrière et par arrêt sur une couche de silicium dopée au bore. Une lithographie définit ensuite la géométrie du thermomètre dans l'YBaCuO par la face avant. Les contraintes imposées à la membrane à cause de la dégradation de la qualité du silicium dopé rendent difficile la reproductibilité de cette technique ainsi que la réalisation de grande surface. Cependant la détectivité estimée d'après les caractéristiques des films disponibles peut être élevée: $D^* = 1,4 \cdot 10^{10} \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$.

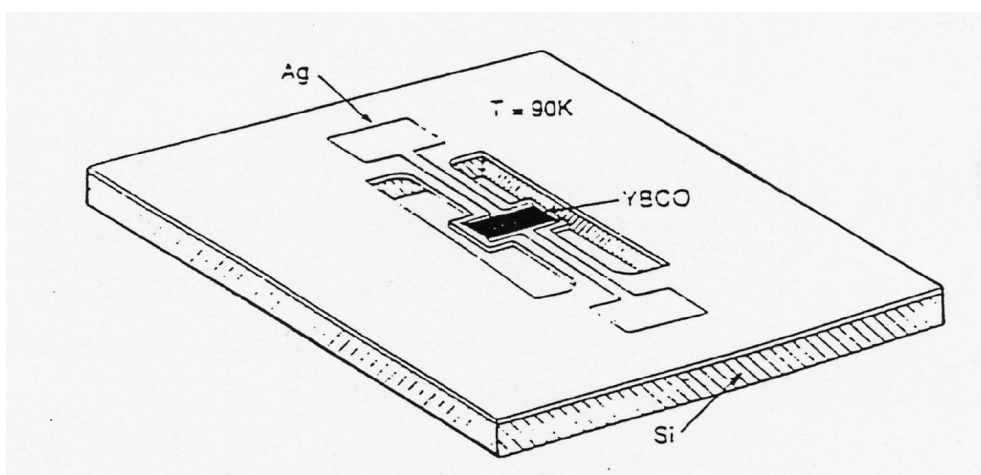
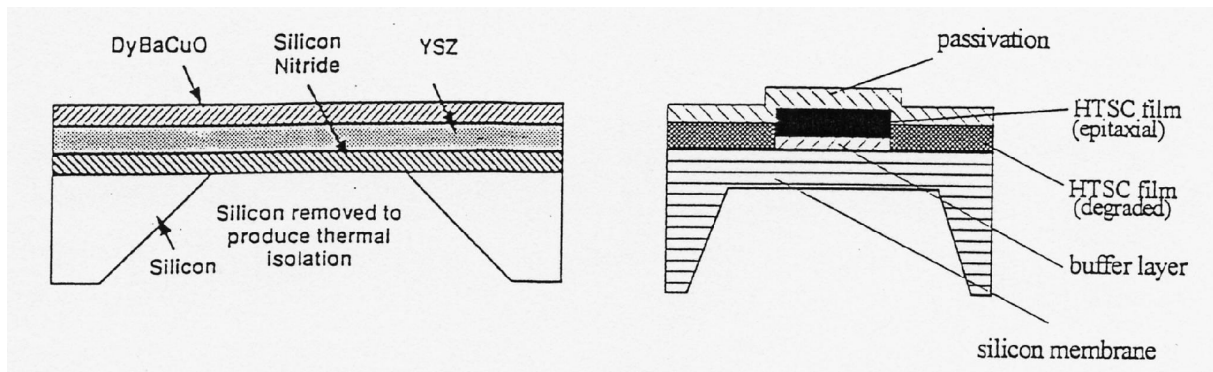


figure 1-10: Bolomètre suspendu sur membrane réalisé par Verghese et al. [51]

La structure réalisée par Stratton et al. [52] est représentée sur la figure 1-11-a). Le film de DyBaCuO est déposé sur une membrane d'YSZ sur Si_3N_4 . La gravure par KOH est réalisée par la face arrière et il faut remarquer qu'il ne reste plus de silicium sous la membrane. Seule la sensibilité est reportée dans l'article; elle vaut $800 \text{ V} / \text{W}$ avec un temps de réponse de 1 ms , grâce à la faible conductance thermique $G = 3,7 \cdot 10^{-6} \text{ W} / \text{K}$ obtenue. Cependant, le film de DyBaCuO déposé sur une couche non épitaxiée devrait présenter un bruit excédentaire important et limiter le NEP, malgré la bonne sensibilité obtenue.



a) Stratton et al. [52]

b) Neff et al. [53, 54]

figure 1-11: Bolomètres suspendus réalisés par gravure du substrat en face arrière.

Neff et al. [53, 54] utilisent également la gravure en face arrière du silicium par KOH. La membrane réalisée comporte une fine couche de silicium sur laquelle reposent le film d'YBaCuO et les couches tampons et de passivation (figure 1-11-b). Les détectivités atteintes sont élevées: $D^* = 3,8 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ à $6 \mu\text{m}$ et $1,8 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ à $12,5 \mu\text{m}$. Le temps de réponse associé est parmi les plus bas; il vaut 0,4 ms.

c) Gravure du substrat par la face avant

Plutôt que de graver toute l'épaisseur du substrat par la face arrière, il peut être intéressant de suspendre la partie résistive du bolomètre en ménageant des ouvertures dans la face avant. Nous détaillerons le procédé technologique dans le chapitre 2. Ce principe avait déjà été utilisé pour fabriquer des membranes de niobium par Moore et al. [55]. Johnson et al. [56] ont réalisé un méandre d'YBaCuO suspendu de cette façon. Après une première lithographie définissant le méandre, une couche de Si_3N_4 est déposée pour protéger l'YBaCuO pendant la gravure KOH. Le silicium est gravé sous le méandre grâce à deux ouvertures ménagées autour du méandre dans la couche de Si_3N_4 . Un temps de réponse de 24 ms et une détectivité de $1,1 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ ont été mesurés. La détectivité devient $1,1 \cdot 10^{10} \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ si la contribution du bruit des contacts est retirée.

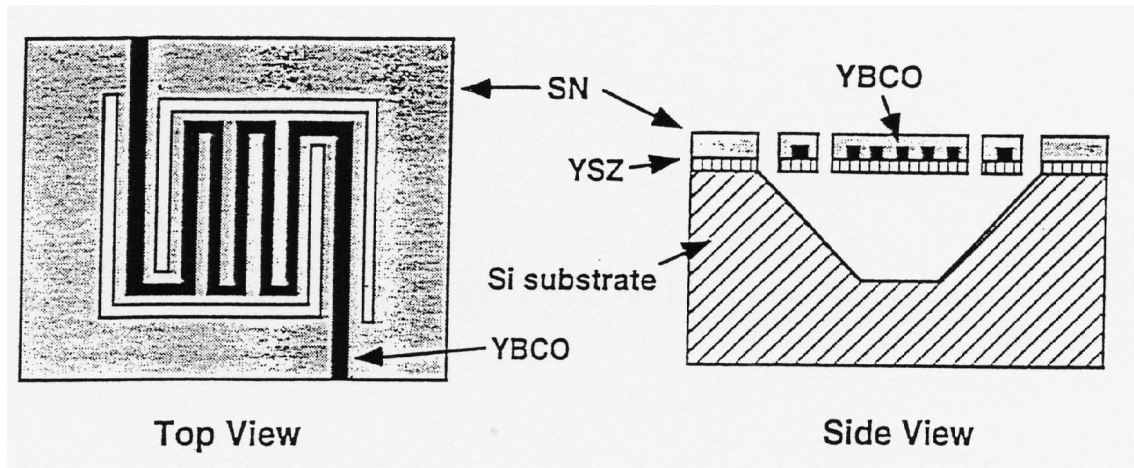


figure 1-12: Bolomètre suspendu réalisé par gravure en face avant par KOH
(Johnson et al. [56])

Rice et al.[57] ont utilisé la gravure par KOH pour suspendre une membrane d'YSZ. Dans une seconde étape, le film d'YBaCuO et une antenne en or sont déposés réalisant ainsi une antenne couplée en son centre à un bolomètre suspendu YBaCuO (figure 1-13). Ce dispositif réunit l'avantage d'une grande surface de détection adaptée à la longueur d'onde à détecter (100 μm -1,5 mm) avec celui d'un thermomètre suspendu sensible et de petite taille. L'ensemble possède ainsi un temps de réponse très court (inférieur à 10 μs) et un NEP de $9 \cdot 10^{-12} \text{ W} / \sqrt{\text{Hz}}$.

Barth et al. [58] ont utilisé un autre mode de gravure que la gravure par KOH. Après le dépôt des films (YBaCuO et couches tampons), le bolomètre est suspendu par gravure ionique réactive (GIR) en face avant. Le procédé est très intéressant dans la mesure où il ne demande qu'une seule étape de photolithographie et aucune couche supplémentaire sur l'YBaCuO. Pendant la gravure ionique réactive, l'YBaCuO est protégé par la même résine que celle qui a servi à définir le motif. La détectivité des bolomètres réalisés vaut $1,9 \cdot 10^8 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ avec un temps de réponse de 81 μs .

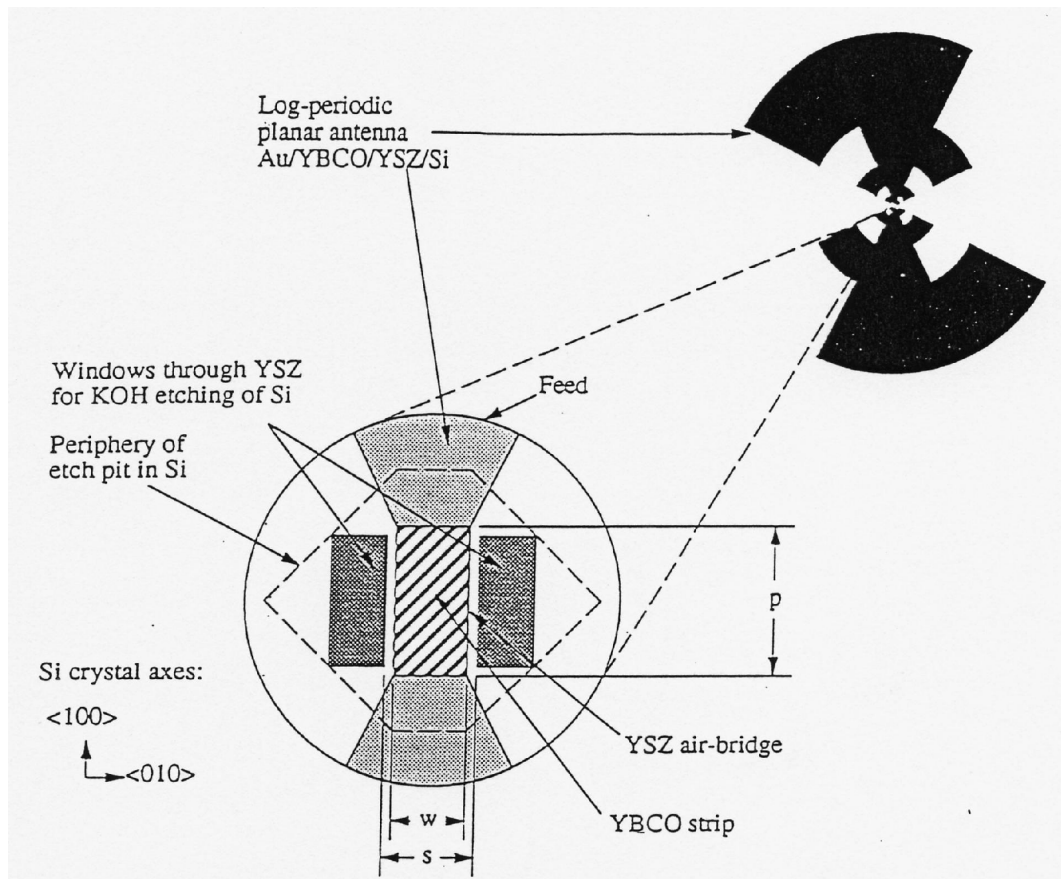


figure 1-13: Antenne couplée à un thermomètre suspendu en YBaCuO , réalisée par Rice et al. [57].

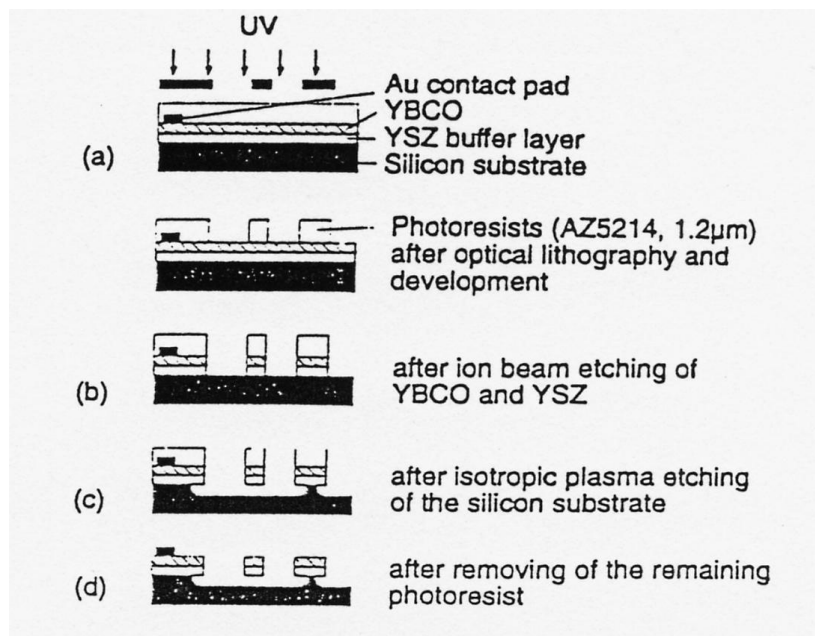


figure 1-14: Procédé de fabrication d'un bolomètre suspendu YBaCuO par gravure ionique réactive développé par Barth et al. [58].

6 - Résumé des performances atteintes par des bolomètres suspendus YBaCuO

	Année	T (K)	λ (μm)	τ (s)	D^* ($\text{cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$)	$D^*/\sqrt{\tau}$ (cm/J)
<u>Barrette ZrO_2</u>						
Depond [42]	1994	~ 80	10,6	-	$6 \cdot 10^6$	-
<u>Al_2O_3 aminci</u>						
Verghese [43]	1990	85	0,632	$55 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^9$ (10 Hz)	$8,5 \cdot 10^9$
Verghese [44]	1991	85	0,632	$55 \cdot 10^{-3}$	$4,2 \cdot 10^9$ (10 Hz)	$1,8 \cdot 10^{10}$
Verghese [45]	1993	85	100-300	$120 \cdot 10^{-3}$	$8,3 \cdot 10^8$ (10 Hz)	$2,4 \cdot 10^9$
Brasunas [46]	1994	90	-	$65 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^9$ (4 Hz)	$2,4 \cdot 10^{10}$
<u>Si aminci $25\mu\text{m}$</u>						
Li [47]	1993	~ 85	-	-	$6,4 \cdot 10^7$ (10 Hz)	-
<u>Si KOH f.arrière</u>						
Verghese [51] (prédictions)	1993	-	-	$3 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{10}$	$2,5 \cdot 10^{11}$
Stratton [52]	1990	89	-	10^{-3}	-	-
Neff [53]	1995	84,5	6	$0,4 \cdot 10^{-3}$	$3,8 \cdot 10^9$	$1,9 \cdot 10^{11}$
			12,5	$0,4 \cdot 10^{-3}$	$1,8 \cdot 10^9$ (100-300 Hz)	$9,0 \cdot 10^{10}$
<u>Si KOH f.avant</u>						
Johnson [56]	1993	72	-	$24 \cdot 10^{-3}$	$1,1 \cdot 10^9$	$7,1 \cdot 10^9$
Rice [57]	1994	87,4	$100-1,5 \cdot 10^3$	$<10 \cdot 10^{-6}$	-	-
<u>Si GIR f.avant</u>						
Barth [58]	1995	77	1,3	$81 \cdot 10^{-6}$	$1,9 \cdot 10^8$	$2,1 \cdot 10^{10}$

tableau 1-1: Résumé des performances atteintes par les bolomètres suspendus YBaCuO décrits précédemment.

7 - Choix de films d'YBaCuO épitaxiés sur substrats de silicium micro-usinés pour la fabrication de nos bolomètres.

Dans le tableau 1-1 ci-dessus, nous avons rassemblé les performances en détectivité et en temps de réponse atteintes par les bolomètres suspendus YBaCuO décrits précédemment.

Les détecteurs fabriqués sur substrats amincis ont de bonnes détectivités, mais des temps de réponse assez longs, à cause de la grande masse calorifique mise en jeu. Le meilleur résultat en $D^*/\sqrt{\tau}$ est atteint par Neff et al. [53] avec $1,9 \cdot 10^{11} \text{ cm} / \text{J}$. Le détecteur est fabriqué par micro-usinage du substrat de silicium. Cette technique peut nous convenir, puisqu'elle

satisfait tous les critères que nous nous étions fixés au paragraphe 3-6-d). Elle permet la fabrication d'un détecteur à la fois sensible et rapide, grâce à sa faible conductance thermique G et sa faible capacité calorifique C . C'est une technologie applicable aux SHTc dans la mesure où le problème de l'épitaxie de l'YBaCuO sur silicium a été résolu par l'utilisation d'une couche tampon. Enfin, la réalisation de matrices de détecteurs ne pose pas de problème a priori puisque la fabrication est collective.

Nous choisissons finalement de fabriquer nos bolomètres suspendus par micro-usinage du substrat de silicium en face avant. La gravure par la face avant permet la réalisation de membranes de plus petite capacité calorifique et semble être plus facile à mettre en oeuvre. Dans un premier temps, nous étudierons la gravure par KOH. Nous nous intéresserons surtout à la technique de gravure ionique réactive développée par Barth et al. qui semble être une technologie simple et peu dégradante pour l'YBaCuO, et qui montre des performances également intéressantes.

CHAPITRE 2 - FABRICATION DES BOLOMÈTRES SUSPENDUS PAR MICRO-USINAGE DU SILICIUM

I -Introduction.

Après avoir analysé l'état de l'art, nous avons choisi de réaliser nos structures suspendues YBaCuO par micro-usinage du substrat de silicium. Nous avons utilisé deux méthodes décrites dans la littérature: la gravure par KOH et par GIR (Gravure Ionique Réactive), et nous en avons développé une troisième basée sur l'utilisation d'un substrat SIMOX (Separated by IMplanted OXygen). Ces trois techniques requièrent avant tout la maîtrise du dépôt de films d'YBaCuO épitaxiés et à transition supraconductrice étroite sur substrats de silicium.

Après la description des principales méthodes expérimentales que nous avons utilisées, nous rappellerons quelles exigences technologiques sont requises pour le dépôt de films épitaxiés d'YBaCuO. L'interdiffusion du substrat de silicium et de l'YBaCuO à la température de dépôt impose l'introduction d'une couche tampon entre les deux matériaux. Nous exposerons les conditions d'élaboration des différentes couches et nous montrerons comment nous avons choisi la double couche tampon CeO_2 / YSZ. Enfin, le paragraphe V décrit les différentes techniques de fabrication des structures suspendues, que nous comparerons d'un point de vue technologique et électrique.

II -Méthodes expérimentales.

1 - Dépôt par photo-ablation laser.

a) Principe.

Les premières expériences de dépôt par ablation laser ont eu lieu dès 1965, mais cette technique n'était guère utilisée avant son application au dépôt de films minces d'oxydes supraconducteurs à haute température critique [59, 60]. Sa mise en œuvre est assez simple: un faisceau laser pulvérise le matériau, qui constitue **la cible**, et la matière éjectée est recueillie sur un substrat placé en face du point d'impact (figure 2-1). Le plasma créé par l'impact du laser est appelé **la plume**. Il est très directionnel et limite la surface de dépôt.

Comme nous le verrons au paragraphe III, l'obtention de couches minces d'YBaCuO de bonne qualité nécessite le respect d'une certaine stoechiométrie en oxygène. Le dépôt par ablation laser présente alors des caractéristiques qui le rendent particulièrement bien adapté au dépôt d'YBaCuO:

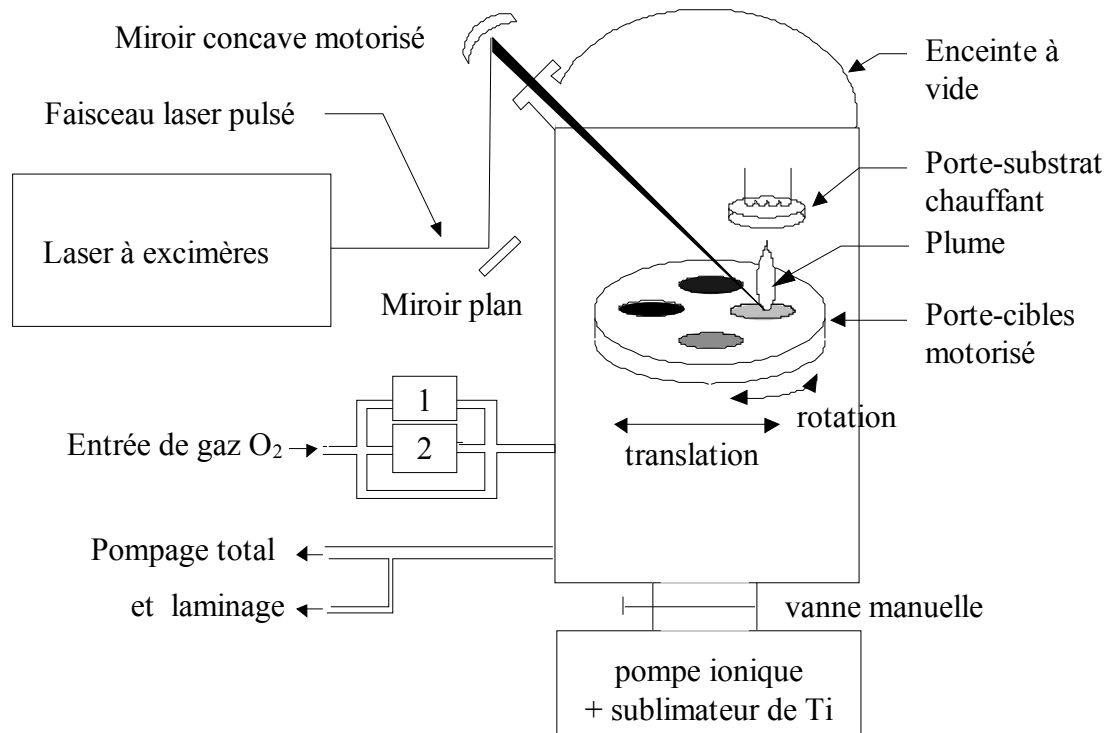


figure 2-1: Appareillage de dépôt par ablation laser utilisé au laboratoire.

- le matériau est transféré de façon stoechiométrique de la cible vers le substrat. Cela facilite le dépôt de matériaux multi-éléments tels que l'YBaCuO.
- la pression pendant le dépôt peut être choisie indépendamment des autres paramètres. L'oxygène est le seul élément qui n'est pas transféré en quantité suffisante. Pour respecter la stoechiométrie, les couches sont élaborées en atmosphère oxygénée.
- le choix de matériaux est large: il n'est limité que par l'absorption du matériau à la longueur d'onde du laser de dépôt. Le développement d'une technologie à base d'YBaCuO nécessite en effet l'emploi d'autres matériaux pour la réalisation de couches tampons, d'isolation ou de couches permettant la croissance dans une direction cristalline particulière (jonctions par biépitaxie par exemple [61]).

L'appareillage que nous avons utilisé a été mis au point par Catherine CHABAUD-VILLARD [62] et Michael SCHWERDTFEGER [63] lors de leurs thèses. Il est automatisé et contrôlé par un logiciel développé au laboratoire. Nous allons décrire ses principales caractéristiques (figure 2-1):

- un laser à excimères.
- le porte-cibles.
- le porte-substrat chauffant, et le contrôle de température associé.
- les contrôles de pression.

b) Le laser à excimères.

Nous utilisons un laser à excimères de type LPX200 (LAMBDA PHYSIK) rempli d'un mélange KrF. Les mélanges de gaz actifs admis sont ArF, KrF et XeCl, émettant respectivement à 193 nm, 248 nm et 309 nm. La littérature montre que des courtes longueurs d'onde sont préférables pour le dépôt de films minces d'oxydes supraconducteurs. Le mélange ArF serait alors le plus intéressant, mais l'absorption non négligeable de son rayonnement par les molécules de l'atmosphère ambiante nécessite l'installation d'une canalisation sous vide pendant tout le trajet du faisceau. L'énergie de ce laser "KrF" peut varier entre 80 et 600 mJ, avec des durées d'impulsions de 30 ns et des fréquences de répétition entre 1 et 50 Hz. Son utilisation est facile puisqu'un microordinateur pilote toutes les fonctions du laser:

- l'énergie des impulsions ou la tension de décharge.
- la fréquence des impulsions.
- le remplacement automatique du mélange gazeux.

A sa sortie du laser, le faisceau est guidé dans l'enceinte de dépôt par deux miroirs plans et un miroir concave de distance focale 60 cm. Lors de sa réflexion sur le premier miroir, un cache permet de ne retenir qu'une surface de $20 \times 7 \text{ mm}^2$, éliminant les parties de plus faible énergie et laissant ainsi un faisceau de répartition d'énergie plus homogène. Afin de réduire l'échauffement au niveau de la cible pendant le dépôt, le dernier miroir est motorisé selon deux axes indépendants et déplace l'impact du faisceau sur la cible sur une surface d'environ 1 cm^2 .

L'utilisation du fluor nécessite des précautions particulières: les bouteilles contenant le mélange de gaz Hélium / Fluor (5%) utilisé ne sont ouvertes que pendant le remplacement du mélange dans la cavité laser (toutes les trois semaines) et sont conservées fermées dans un local avec extraction permanente. D'autre part, il faut signaler qu'à cause de la lumière laser émise, ce type de laser impose le respect de certaines règles de sécurité:

- le trajet du faisceau depuis sa sortie du laser jusqu'à son entrée dans la chambre de dépôt ne sort pas d'une enceinte fermée de plexiglas, non transparent à la lumière UV.
- le port obligatoire de lunettes pendant les tirs.
- l'appareillage est installé dans une pièce fermée, dont la porte est munie d'un relais commandant l'arrêt des tirs s'il y a intrusion.

c) *Le porte-cibles.*

Le porte-cibles, représenté en figure 2-2, accueille quatre cibles de 55 cm de diamètre. Le système permet donc le dépôt séquentiel de quatre matériaux différents dans un même cycle. Le changement de cibles est motorisé et commandé par le logiciel de dépôt. Comme nous l'avons vu précédemment, la cible est ablatée sur une surface de 1 cm² environ pendant un dépôt. Nous avons défini huit zones distinctes. Lorsque toute la surface a été utilisée, elle est régénérée par ponçage au papier de verre de façon à garder toujours le même état de surface de dépôt en dépôt.

d) *Le porte-substrat chauffant.*

Les couches d'YBaCuO ne présentent de bonnes qualités structurales que lorsqu'elles sont déposées dans une atmosphère oxygénée et à haute température (entre 650 °C et 750 °C). Le choix du mode de chauffage est alors un point critique de l'appareillage. Les substrats sont placés sur un support dans un logement percé et maintenus par des pattes (figure 2-2). Le support est introduit dans l'enceinte à vide par l'intermédiaire d'un sas et d'un bras de chargement. Il est fixé sur le porte-substrat chauffant grâce à un système de baïonnettes. Un chauffage par rayonnement en face arrière a été choisi lors des précédents travaux. D'autres laboratoires choisissent un chauffage par conduction: par contact, ou par collage avec de la laque argent. Cette dernière technique peut poser des problèmes lors du décollage si on utilise des substrats fragiles.

L'élément chauffant est logé sous forme de serpentín dans le bloc d'alumine. Il est constitué d'un filament de NIKROTHAL (alliage de nickel, chrome et fer, de marque déposée de la société KANTHAL), qui permet un chauffage sous vide ou sous atmosphère oxygénée. Cela n'est pas le cas de tous les filaments de chauffage, notamment le KANTHAL (alliage de chrome, fer et aluminium), qui ne supporte pas un chauffage sous vide secondaire (inférieur à 10⁻³ mbar) à cause de l'aluminium.

La température est lue par un thermocouple placé au centre du support d'alumine. La température n'est pas exactement celle du substrat (elle peut être inférieure de 50 à 150 °C), mais ce mode de mesure est très reproductible. La température est contrôlée pendant le chauffage, les dépôts et le refroidissement par un régulateur de température de type EUROTHERM E818 piloté par le microordinateur.

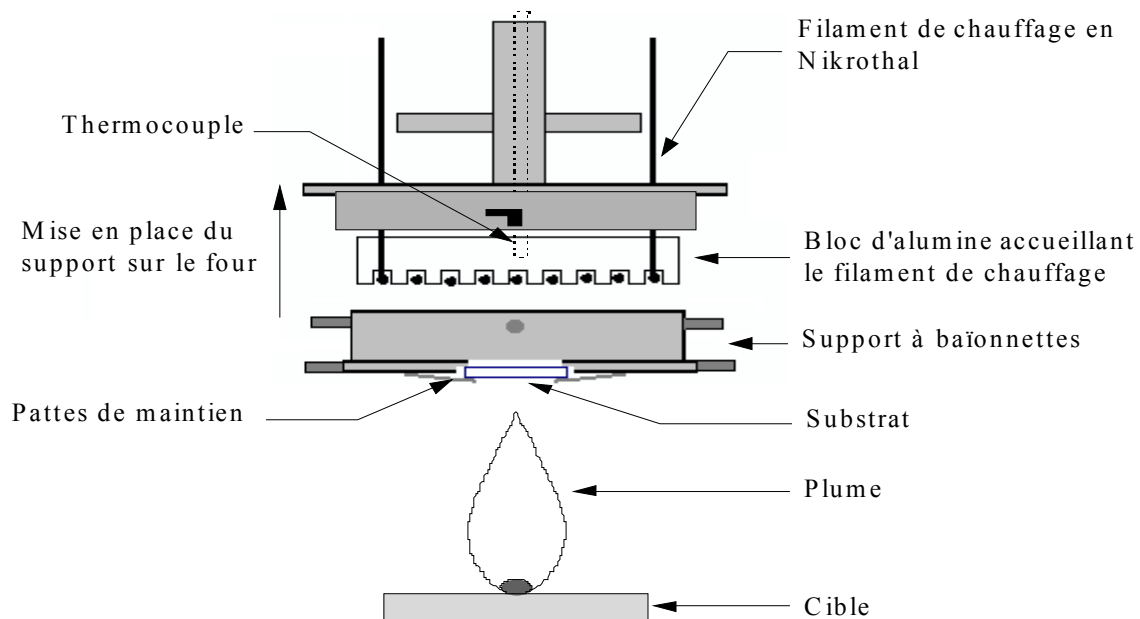


figure 2-2: Description du porte-substrat chauffant et positionnement par rapport à la cible.

e) Contrôle de pression.

L'enceinte de dépôt est reliée à une pompe primaire par l'intermédiaire de deux tuyaux de diamètres différents: le plus gros tuyau conduit à un vide résiduel de 0,4 Pa, tandis que le plus petit est utilisé pour maintenir un flux laminaire pendant les dépôts. Dans ce dernier cas, l'oxygène est introduit à travers deux régulateurs de débit massique qui adaptent l'entrée du gaz de façon à maintenir la pression demandée, le débit de pompage étant constant. Toutes les pressions atteintes avec le pompage primaire sont contrôlées par l'ordinateur, grâce à la lecture sur une jauge CONVECTRON et au régulateur de pression de type EUROTHERM E815.

Nous verrons plus loin que nous avons du utiliser des pressions inférieures à 0,4 Pa (jusqu'à $4 \cdot 10^{-4}$ Pa). Elles sont atteintes grâce à une pompe ionique et un sublimateur de titane installés sur l'enceinte. La fermeture progressive de la vanne permet de maintenir la pression désirée. La vanne étant manuelle, cette étape nécessite la présence de l'opérateur.

2 - Etude de la qualité cristalline des couches par diffraction de rayons X.

a) Introduction.

Les mesures par diffraction de rayons X ont été réalisées par Guy ROLLAND et Frédéric LAUGIER du Service de Caractérisation Physique des Matériaux du LETI-DOPT. Leur appareillage est constitué de deux diffractomètres de poudres de type SIEMENS utilisant les raies $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$ du cuivre, de longueurs d'onde respectives 0,15406 nm et 0,15443 nm. L'analyse par diffraction de rayons X permet la détermination de la texture de couches polycristallines, mais aussi des phases et des paramètres cristallographiques. Les schémas de la figure 2-3 extraite de l'article référencé [64], illustrent la définition des termes employés pour caractériser les orientations des films.

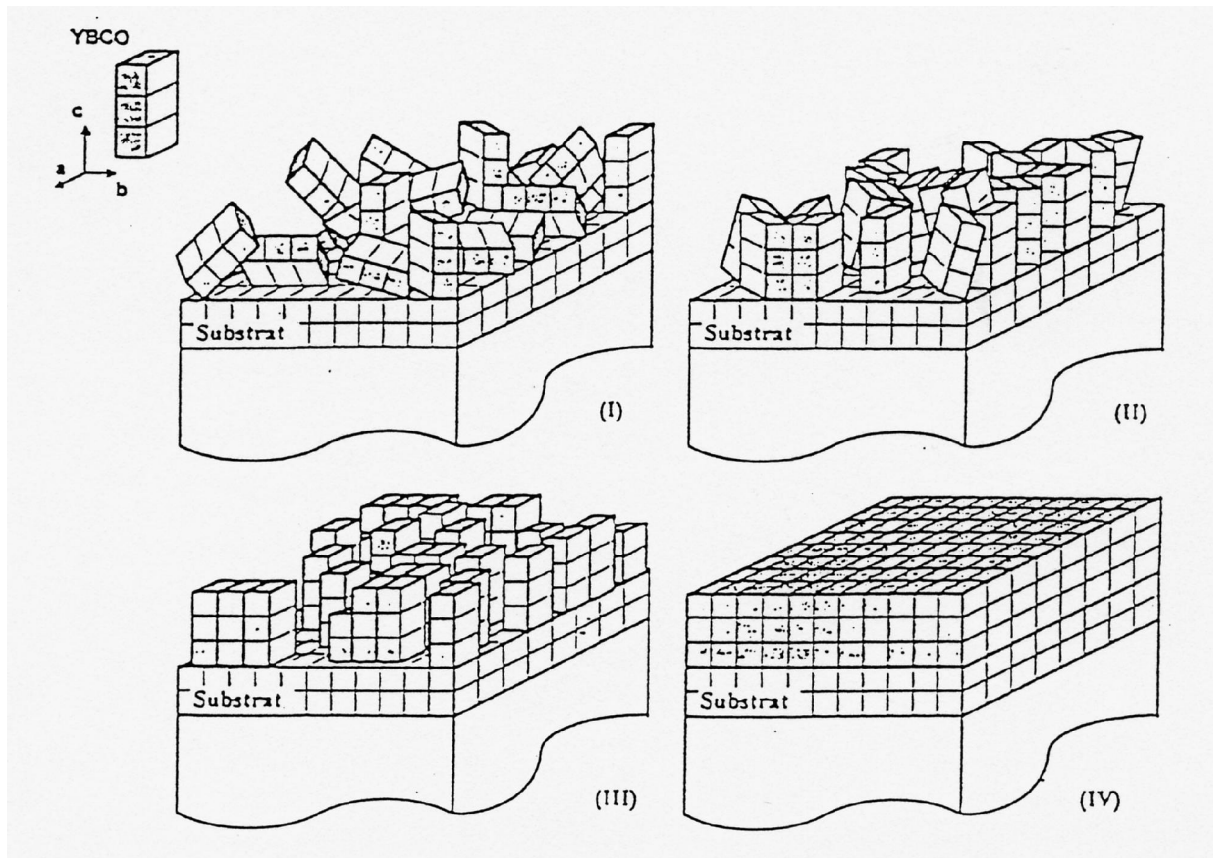


figure 2-3: Représentation schématique des différentes orientations que l'on peut rencontrer dans les films minces [64].

(I) : film à orientation aléatoire

(II) : film texturé; il possède une direction de croissance privilégiée, mais pas d'orientation dans le plan

(III) : film texturé et orienté dans une ou deux directions dans le plan (pseudo-épitaxié); il peut exister des défauts tels que des macles, des marches, etc.

(IV) : film épitaxié; il est orienté selon trois dimensions.

On ne devrait donc parler d'épitaxie que dans le dernier cas. Cependant, et par abus de langage, nous emploierons ce terme pour caractériser les films de type (III).

L'analyse par diffraction de rayons X est une technique non destructive, de mise en œuvre facile puisqu'elle ne demande pas de préparation sur les échantillons. Ces deux avantages la distinguent d'autres méthodes de caractérisation structurale plus coûteuses, telles que la microscopie électronique à transmission (TEM) par exemple, et permettent des analyses systématiques sur un grand nombre d'échantillons. Elle a été essentielle dans l'optimisation des épaisseurs et des conditions de dépôt de nos différents matériaux.

Par la suite, nous utiliserons les conventions d'écriture usuelles suivantes:

- (100) pour le plan 100.
- [100] pour la direction 100.
- {100} pour la famille des plans (100); soit les plans (100), $(\bar{1}00)$, (010), $(0\bar{1}0)$, (001) et $(00\bar{1})$.
- $\langle 100 \rangle$ pour la famille de direction [100].

b) Analyse de texture: spectre θ -2 θ

Les spectres θ -2 θ permettent de déterminer la texture d'une couche mince, donc de distinguer les films de type (I) des autres. Nous n'avons pas d'information sur l'orientation dans le plan. En respectant la configuration représentée en figure 2-4, les familles de plans cristallins orientés parallèlement à la surface du substrat sont successivement amenées en position de Bragg.

Les pics de diffraction sont enregistrés en fonction des différents angles 2 θ et renseignent sur:

- la structure cristalline, par identification de la position des pics avec les valeurs publiées dans les fiches ASTM du matériau étudié.
- les phases présentes dans le matériau, en recherchant les fiches ASTM des matériaux qui correspondent le mieux aux pics observés.

- les paramètres de maille, puisque la condition de diffraction de Bragg impose:

$$2d_{hkl} \times \sin(\theta) = n\lambda \quad (2-1)$$

où d_{hkl} est la distance entre les plans réticulaires (hkl), θ est l'angle d'incidence du faisceau représenté en figure 2-4, n est l'ordre de la réflexion, et λ est la longueur d'onde des rayons X. Cependant, ces mesures de paramètres de maille peuvent être faussées par d'éventuelles contraintes dans les films minces.

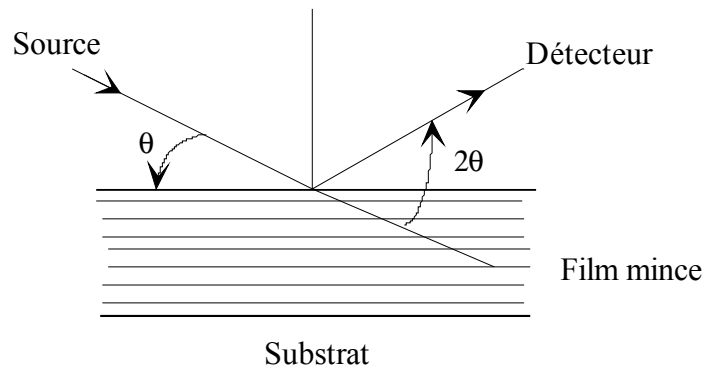


figure 2-4: Configuration utilisée pour l'enregistrement d'un spectre θ - 2θ par diffraction de rayons X dans la position de Bragg.

c) *Analyse de la mosaïcité: spectres ω -scan ou rocking curves.*

Une fois que la texture d'une couche a été établie, on peut chercher à mieux la qualifier. La configuration de mesure est toujours celle décrite en figure 2-4, mais cette fois, la source de rayons X et le détecteur sont fixes. Seul l'échantillon est légèrement basculé autour de la position θ . Les cristallites faiblement désorientés par rapport à la réflexion choisie sont amenés en position de diffraction. La largeur à mi-hauteur (FWHM = Full Width at Half Maximum) des pics ainsi obtenus donnent la désorientation moyenne des cristallites autour de la direction de texture. La qualité de texture est inversement proportionnelle à la largeur à mi-hauteur des rocking curves.

d) *Analyse des relations épitaxiales dans le plan: ϕ -scans.*

Les spectres ϕ -scans permettent de déterminer l'orientation épitaxiale dans le plan d'une couche texturée, c'est à dire de distinguer les films de type (II) des films de type (III) et (IV). Ils renseignent également sur les relations existant entre les axes cristallins de deux matériaux déposés l'un sur l'autre. La configuration de mesure est représentée sur la figure 2-5, et l'appareillage complet est décrit en référence [65]. La méthode consiste à sélectionner une raie de diffraction de la couche et à faire tourner l'échantillon de 360° autour de l'axe ϕ . Le

nombre et la position des pics du spectre, appelé ϕ -scan, traduisent la symétrie de l'échantillon. Dans un cristal cubique, la présence de quatre pics séparé de 90° indique l'existence d'une seule orientation dans le plan.

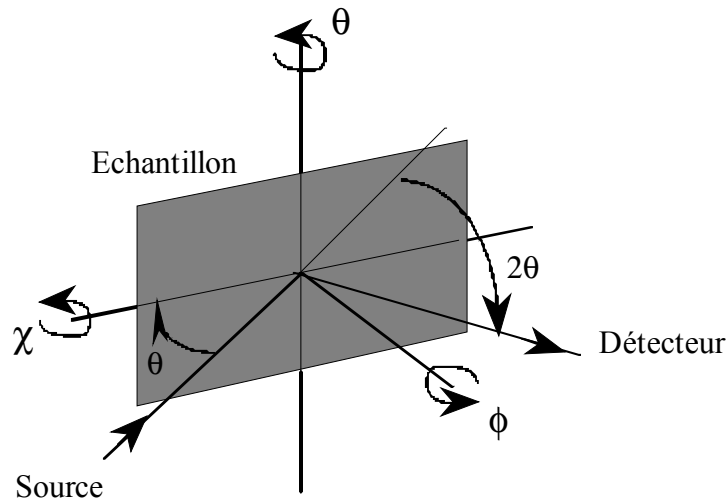


figure 2-5: Configuration de mesure pour l'enregistrement de ϕ -scans.

3 - Mesures d'épaisseur par stylet.

La mesure de l'épaisseur des matériaux est une étape incontournable de la mise au point d'un procédé technologique. La méthode la plus simple consiste à déplacer un stylet à la surface de l'échantillon. Son mouvement vertical reproduit le profil de la surface sur un papier millimétré, donc la rugosité de surface ou la hauteur d'une marche. Si la marche représente l'épaisseur totale de la couche, elle permet la mesure de la vitesse de dépôt de ce matériau. Elle doit être réalisée par une gravure chimique sélective, ou un masquage pendant le dépôt. Pour mesurer la vitesse de gravure d'un matériau, il faut au contraire que la marche soit inférieure à l'épaisseur totale de la couche.

Nous utilisons un appareil de type TENCOR α -step. Sa résolution est d'environ 5 nm. Cependant, l'imprécision sur les épaisseurs inférieures à 50 nm est assez grande. Nous verrons au paragraphe IV, que pour déterminer précisément l'épaisseur de couches fines, nous avons du mettre en place une autre méthode de mesure.

4 - Techniques de mise en forme des échantillons: la photolithographie.

Après le dépôt, la mise en forme des échantillons se fait en deux étapes principales: le photomasquage, qui définit un masque de résine, et la gravure [66].

a) Photomasquage.

Le photomasquage est une technique permettant de transférer des motifs de taille micronique d'un masque dans une résine. Le masque est une plaque de verre recouverte d'une couche de chrome, dans laquelle sont gravés les motifs. Nos masques ont été fabriqués par la société Dupont à partir des fichiers de dessins réalisés à l'aide du logiciel DW2000. Le principe du photomasquage s'apparente à la photographie, puisqu'il comporte une étape d'insolation puis de développement.

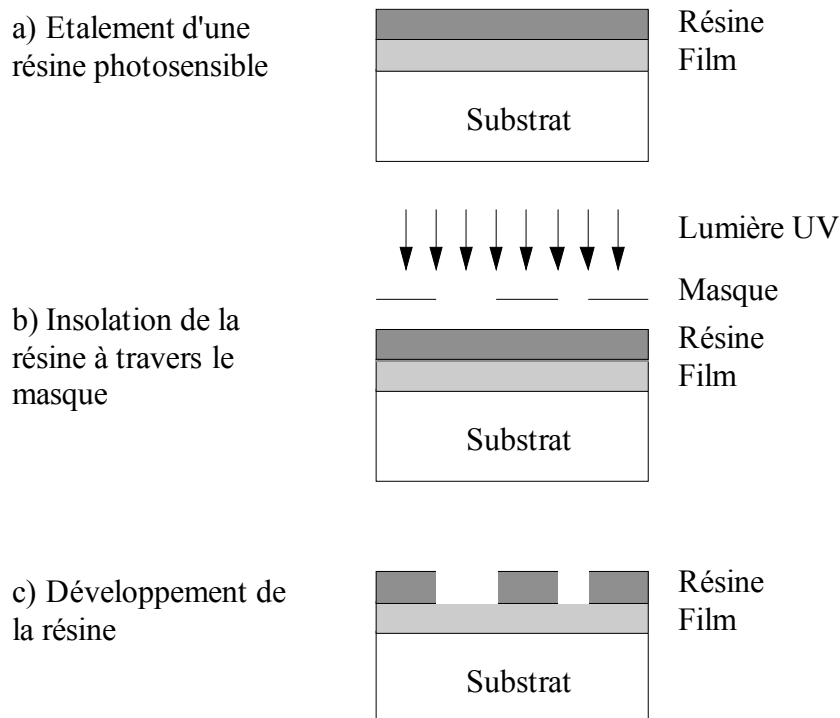


figure 2-6: Etapes de photomasquage: définition des motifs dans la résine.

- Etallement d'une résine photosensible positive (figure 2-6-a):

Une résine photosensible positive est étalée sur le film à graver avec une tournette HEADWAY EC 101, qui met l'échantillon en rotation rapide. Il suffit d'y déposer une goutte de résine avec une pipette pour obtenir une couche fine et d'épaisseur uniforme. L'épaisseur de résine déposée dépend de la vitesse et de la durée de la rotation, et de la viscosité de la résine utilisée. Nous utilisons deux types de résines de marque SHIPLEY:

S1813 et S1818. La résine S1818 est plus épaisse que la S1813, ce qui permet de choisir des épaisseurs allant de 1 μm avec la S1813 à 5000 tours / min jusqu'à 3,5 μm avec la S1818 à 1000 tours / min (Annexe B). Pour les motifs les plus petits, au dessous de 2 μm , il est obligatoire d'utiliser une faible épaisseur de résine. Après étalement, nous séchons la résine pendant dix minutes sur une plaque chauffante de température régulée à 85 °C.

- Insolation (figure 2-6-b):

L'échantillon recouvert de résine est installé dans la machine à insoler par contact (de type Karl Süss MJB3). Cet appareil prend en compte le vieillissement de la lampe UV à vapeur de mercure ($\lambda = 350 - 500 \text{ nm}$), ce qui veut dire que le temps réel d'insolation s'allonge avec l'âge de la lampe. Cela facilite la reproductibilité de l'insolation. Avant toute manipulation, les masques sont nettoyés aux ultrasons pendant dix minutes dans une solution de REMOVER 1112 de marque SHIPLEY, puis soigneusement rincés sous un jet d'eau désionisée également pendant dix minutes, et séchés. L'échantillon est positionné avec précision par rapport au masque sous le microscope de la machine, à l'aide de vis micrométriques. Lorsque le positionnement est correct, l'échantillon est mis en contact avec le masque par aspiration et est insolé pendant une durée comprise entre 4 et 10 secondes, selon l'épaisseur de résine et la réflexion du substrat.

La longueur d'onde de la lumière d'insolation détermine la taille minimale des motifs réalisables. La dimension du motif doit rester très supérieure à la longueur d'onde pour éviter les phénomènes de diffraction. Cela explique pourquoi l'insolation se fait avec une lumière ultraviolette. La taille minimale des motifs que nous pouvons réaliser est d'environ 1 μm . En dessous, il existe des appareils d'insolation par projection, plutôt que par contact ou par faisceau d'électrons ou de rayons X.

- Développement (figure 2-6-c):

La dernière étape de photomasquage consiste à dissoudre les zones de résine exposées à la lumière UV dans le développeur MF312-CD27 de marque SHIPLEY. Le temps de développement nécessaire dépend de l'épaisseur de la résine et de la durée d'insolation. Pour être reproductible, le temps de développement ne doit pas être trop court, car alors une petite imprécision sur la durée a de plus grande conséquence. Le temps d'insolation est adapté de façon à toujours garder un temps de développement d'une minute. Enfin, l'échantillon entier est réinsolé pendant 5 minutes à la lumière UV. Cette dernière étape,

qui n'est pas obligatoire, permet de durcir la résine après le développement par évaporation des solvants.

La réussite du photomasquage est avant tout conditionnée par le respect de procédures et de règles de propreté simples. Tout d'abord, il est nécessaire de travailler en salle blanche, ou propre, de façon à limiter le nombre de poussières pouvant créer des défauts sur les motifs, et de porter des gants. Ensuite, il ne faut négliger aucune des étapes, notamment le nettoyage, le temps et la température de séchage. Il faut faire attention au vieillissement des produits que l'on utilise. Le REMOVER est remplacé tous les trois mois environ. Les résines sont conservées à l'abri de la lumière et les bouteilles de réserve au froid. Le développeur ne sert que pendant une même journée et doit être jeté après plusieurs développements, car il est possible de rater un développement à cause d'un produit déjà saturé. Enfin, la durée de chaque opération étant critique, il faut les respecter rigoureusement, surtout lorsqu'elles sont de l'ordre de quelques secondes.

b) Gravure par bombardement ionique.

Au laboratoire, il existe des techniques de gravure humide (ou chimique), et ionique (physique ou chimique réactive). Pour la gravure humide de l'YBaCuO, nous utilisons principalement deux solutions:

- une solution d'acide orthophosphorique H_3PO_4 diluée à 1:3 dans de l'eau déionisée à température ambiante.
- une solution d'EDTA (acide EthylèneDiamineTétraAcétique) diluée à 0,05 % dans de l'eau déionisée à température ambiante.

Ces techniques sont limitées par la trop grande isotropie de gravure, qui provoque une gravure latérale importante, et donc une réduction de la taille des motifs. Dans les procédés que nous présenterons au paragraphe V, nous n'avons utilisé que la gravure ionique. Celle-ci est extrêmement anisotrope, assez reproductible et n'utilise pas d'eau. On peut rappeler que l'YBaCuO ne supporte absolument aucun traitement à base d'eau, ce qui implique d'ailleurs que, une fois déposés, les films doivent être conservés à l'abri de l'air, chargé de vapeur d'eau.

La gravure ionique est une gravure mécanique par bombardement d'espèces atomiques. Comme représenté à la figure 2-7, le gaz, introduit dans la chambre de décharge, est ionisé par collision avec les électrons émis par un filament de tungstène constituant la cathode. Des grilles canalisent le faisceau d'ions et empêchent les électrons de pénétrer dans la zone de gravure. Une série de trois grilles accélère les ions, qui sont neutralisés par un filament de

tungstène avant leur arrivée sur l'échantillon situé dans la chambre d'usinage à faible pression. Nous avons principalement utilisé du xénon, dans les conditions suivantes:

- pression résiduelle = $1,5 \cdot 10^{-4}$ Torr.
- tension d'accélération = 300 V.
- densité de courant avant neutralisation = $0,300 \text{ mA} / \text{cm}^2$.

Le porte-substrat inclinable est refroidi par une circulation d'eau afin de limiter l'échauffement provoqué par le bombardement. Dans certains équipements, le porte-substrat est refroidi à l'azote liquide. Le calibrage de la vitesse de gravure doit être réalisé en fonction de l'angle d'attaque et du matériau. Les principaux inconvénients de la gravure ionique sont sa faible sélectivité de gravure entre les différents matériaux, et la désoxygénation des flancs d'YBaCuO non protégés.

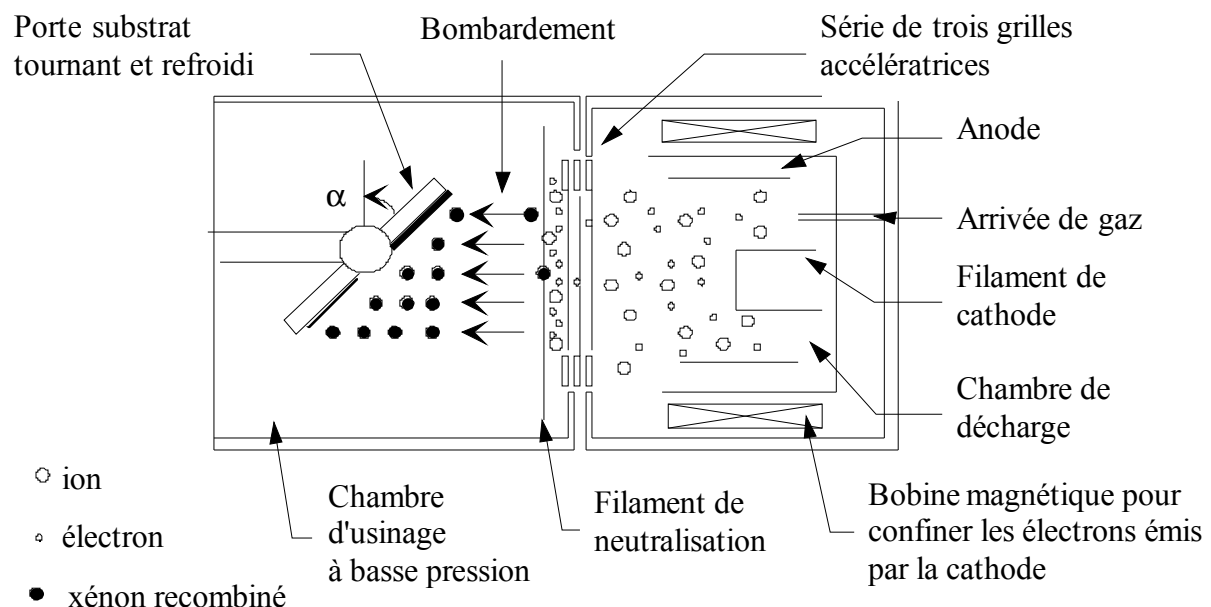


figure 2-7: Principe de l'usineur ionique.

c) Gravure Ionique Réactive (GIR).

La gravure ionique réactive (GIR ou RIE) est une gravure ionique de nature chimique. Le gaz de bombardement est un composé fluoré (SF_6 ou CF_4) qui réagit avec le matériau à graver pour former des espèces volatiles. Cette technique est donc très sélective, mais elle ne peut pas être utilisée pour l'YBaCuO qui est un matériau chimiquement trop complexe. Au laboratoire, il est principalement utilisé pour graver le niobium ou le SiO_2 [18]. Nous verrons au paragraphe V comment nous l'avons utilisée pour graver le silicium.

d) *Fabrication de masques mécaniques pour la définition des plots de contacts.*

Pour définir les plots de contacts, d'or ou d'argent, nous utilisons un masquage mécanique, plutôt qu'un procédé lithographique de lift off (Annexe C). Cela permet de conserver une surface d'YBaCuO intacte sous les plots de contact. Les motifs du masque sont définis par photomasquage dans une feuille de clinquant de cuivre, puis gravés dans une solution de FeCl_3 à 70 °C.

5 - Mesures des caractéristiques électriques des échantillons.

a) *Caractéristiques $R(T)$.*

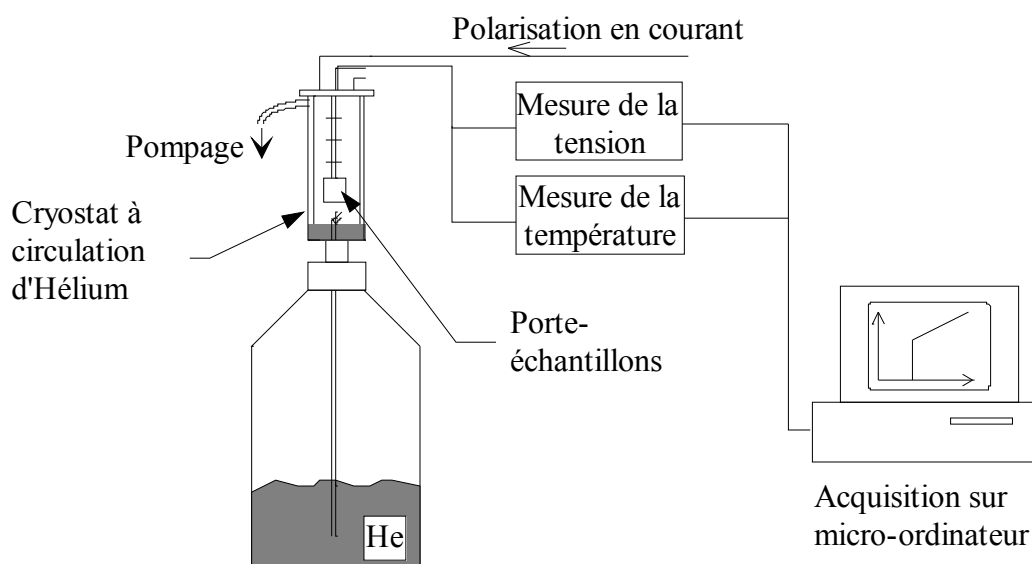


figure 2-8: *Système de mesure de la résistance en fonction de la température.*

Les mesures de caractéristiques $R(T)$, de résistance en fonction de la température, sont réalisées dans un cryostat à circulation d'hélium (figure 2-8). L'appareillage permet la mesure simultanée sur six échantillons. Dans un premier temps, les échantillons sont refroidis par pompage d'hélium dans le vase de 100 litres. Lorsque la température désirée est obtenue, il suffit de réduire puis d'arrêter le pompage pour remonter lentement en température. La résistance est mesurée en quatre points. Un courant continu traverse tous les échantillons en série et l'ordinateur, à l'aide d'un scanner, enregistre pour chaque échantillon sa tension et la température correspondante. La température est calculée comme étant la moyenne des températures mesurées avant et après la mesure de tension. Elle est mesurée avec une sonde

de carbone pour les températures inférieures à 45 K, et avec une sonde de platine au dessus. Des caractéristiques obtenues, nous déduisons la température critique des échantillons comme la température où la résistance devient nulle.

b) Caractéristiques $J_c(T)$.

La densité de courant critique J_c est un autre paramètre important de la caractérisation de la qualité d'un film supraconducteur. Pour cette mesure, nous gravons des lignes dans les films d'YBaCuO par photolithographie. La densité de courant critique est égale au rapport du courant critique sur la section de la ligne, soit le produit épaisseur du film \times largeur de la ligne. Le courant critique est le courant au-dessus duquel le matériau supraconducteur devient résistif. En pratique, nous le mesurons sur les caractéristiques courant-tension des échantillons, comme étant le courant correspondant à l'apparition d'une tension de 10 μ V, que l'on ramène au champ électrique en divisant par la longueur de la ligne.

III -Dépôt de films d'YBaCuO épitaxiés sur substrats de silicium.

Après avoir rappelé les exigences technologiques requises pour le dépôt d'YBaCuO en couches minces, nous exposerons les résultats de la littérature concernant les films d'YBaCuO sur silicium. Nous expliquerons ensuite comment, après avoir choisi une simple couche tampon d'YSZ (Yttria-Stabilized-Zirconia), nous avons finalement adopté la double couche tampon CeO_2 / YSZ pour obtenir des films d'YBaCuO épitaxiés. Cette étude est résumée dans un article publié dans PHYSICA C [67].

1 - Le matériau YBaCuO.

a) Structure cristalline orthorhombique.

Le composé supraconducteur YBaCuO que l'on veut déposer est la phase orthorhombique $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (figure 2-9). Contrairement à la fiche ASTM n° 38-1433 qui échange b et c, nous avons considéré les paramètres cristallins de la structure orthorhombique suivants: $a = 0,38185 \text{ nm}$; $b = 0,38856 \text{ nm}$; $c = 1,16804 \text{ nm}$. L'axe c est la plus grande dimension. Ses propriétés supraconductrices sont étroitement liées à sa structure cristalline et à sa stoechiométrie. Il est alors indispensable de maîtriser sa croissance épitaxiale. Nous avons également représenté sur la figure 2-9 la modélisation de la conduction dans cette structure.

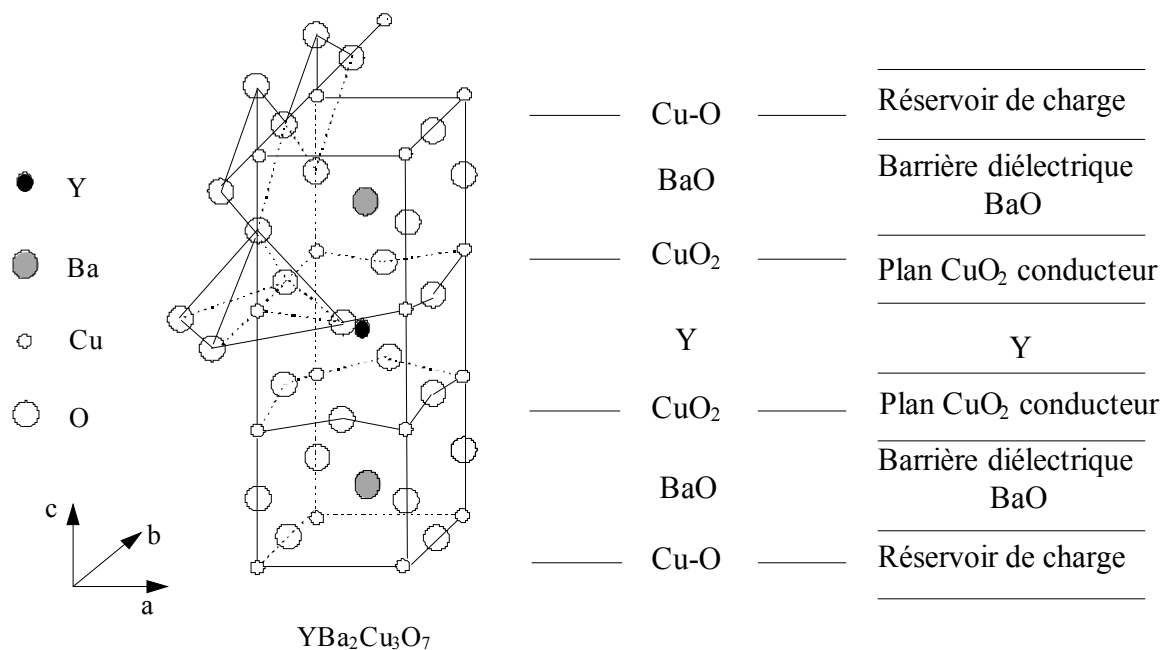


figure 2-9: Maille élémentaire de la phase orthorhombique $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ et modélisation de la conduction dans ce composé.

Sa principale caractéristique est la présence de plans CuO_2 . Ses propriétés électriques sont déterminées par les liens des atomes Cu et O. Les plans CuO_2 , séparés par un site Y, sont essentiellement responsables de la supraconductivité et les chaînes CuO dans la direction b constituent des réservoirs de charges. Des charges peuvent être transférées entre les chaînes et les plans CuO_2 . Les paramètres de maille a et b sont très peu différents, ce qui rend généralement impossible la croissance d'un film non maclé.

b) Oxygénation de la couche d'YBaCuO.

La figure 2-10, extraite de la référence [68], montre que la teneur en oxygène x de l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ doit être comprise entre 6,8 et 7 pour obtenir des températures critiques élevées. Le respect de la stoechiométrie en oxygène est donc un paramètre critique de l'élaboration des couches d'YBaCuO. Les conditions de pression pendant le refroidissement ont été optimisées de façon à oxygéner les couches d'YBaCuO in-situ [62, 63]. L'évolution de la pression d'oxygène après le dépôt d'YBaCuO est représenté sur la figure 2-11. Puisque notre système de chauffage utilise le rayonnement du filament, la température optimale de dépôt dépend de l'absorption de chaque substrat. Nous l'avons fixé à 720 °C dans le cas du silicium. On peut remarquer qu'un substrat transparent dans le proche infrarouge (longueurs d'onde du chauffage) devra être recouvert d'une couche absorbante en face arrière. Ce n'est pas le cas du silicium de faible résistivité qui absorbe naturellement assez de chaleur.

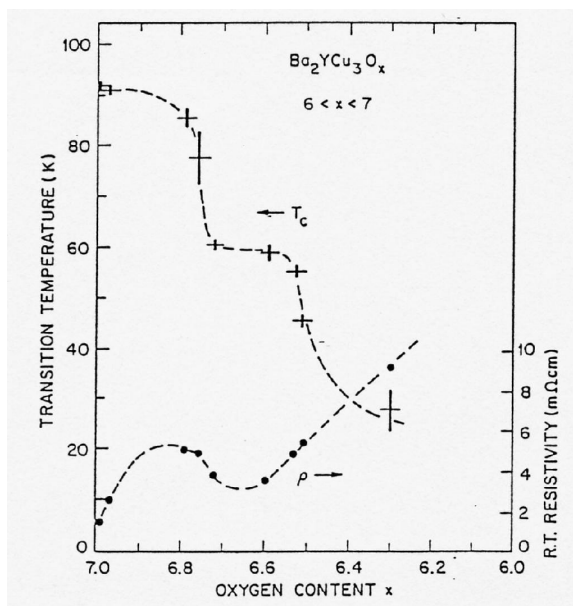


figure 2-10: Evolution de la température critique et de la résistivité de l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ en fonction de sa teneur x en oxygène [68].

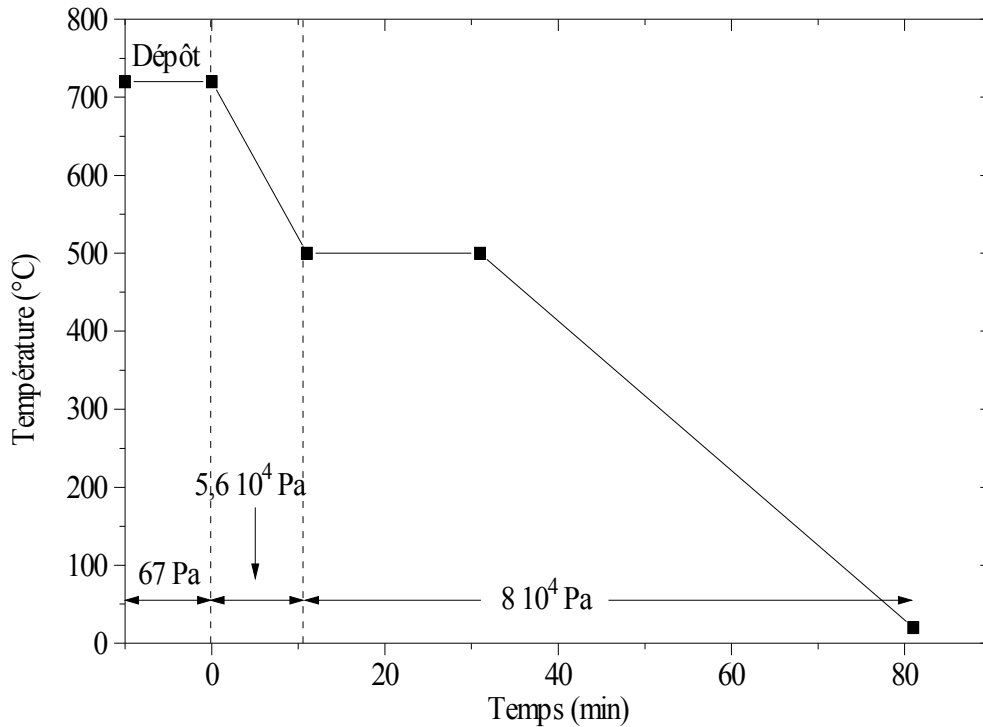


figure 2-11: Evolution de la pression d'oxygène pendant le refroidissement.

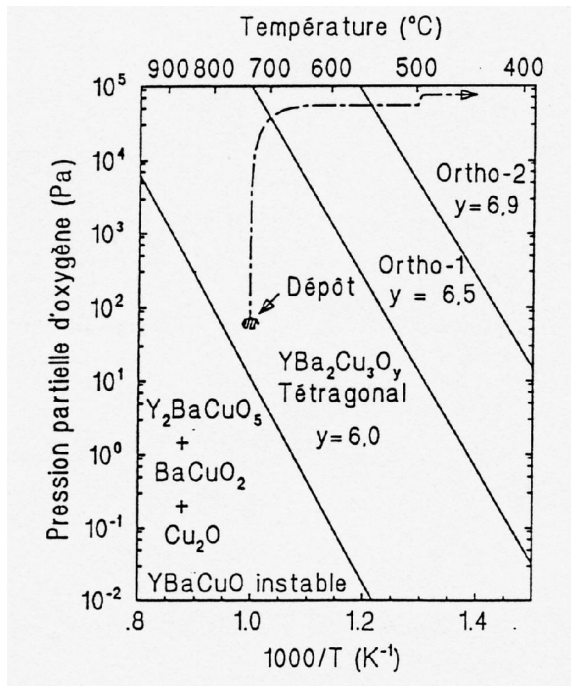


figure 2-12: Diagramme de phase pression-température du composé YBaCuO. La zone hachurée représente les conditions de dépôts utilisées et la ligne pointillée le protocole suivi pendant le refroidissement [63].

La figure 2-12 extraite de la thèse de Michael Schwerdtfeger [63] résume le protocole de pression et de température suivi pendant le dépôt d'YBaCuO et le refroidissement. On peut remarquer que l'YBaCuO est déposé dans sa phase tétragonale et qu'il devient orthorhombique seulement lors du refroidissement.

c) Autres paramètres de dépôt du matériau YBaCuO.

Malgré sa facilité de mise en œuvre, le processus de dépôt par ablation laser est compliqué et n'est pas encore entièrement compris [69]. Il met en jeu une multitude de paramètres interdépendants, eux mêmes très dépendants de l'appareillage, ce qui rend impossible en pratique la reproduction de conditions décrites dans les publications. Nous avons utilisé les valeurs ci-dessous, optimisées de façon expérimentale lors des travaux précédents:

- la densité de puissance délivrée sur la cible: 230 mJ (quelques J / cm²). Ce paramètre est très important, car il influence la composition de la matière ablatée.
- la fréquence des tirs: 2 Hz, choisie de façon à minimiser l'échauffement de la cible.
- la distance cible-substrat: 48 mm. La vitesse de dépôt dépend de la distance d_{cs} cible-substrat selon une loi de type $1 / d_{cs}^2$ [62]. Une vitesse de dépôt trop grande est mauvaise pour la qualité cristalline des couches.
- la pression dynamique d'oxygène pendant le dépôt: 67 Pa.

2 - Utilisation du substrat de silicium.

a) Le choix d'un substrat.

Le choix du substrat influence bien évidemment très fortement la croissance des films. Dans une première approche, le choix peut se porter sur des substrats facilitant la croissance cristalline des films. Le substrat idéal devrait réunir les critères suivants, par rapport à l'YBaCuO [70]:

- le meilleur accord de maille possible dans le plan de l'interface.
- une faible différence de coefficient de dilatation entre les deux matériaux.
- une bonne stabilité chimique à la température de dépôt (faible interdiffusion avec l'YBaCuO).
- une bonne compatibilité avec les autres étapes du procédé.

Dans le tableau 2-1, nous avons reporté les principaux substrats utilisés pour la croissance de l'YBaCuO, ainsi que leurs principales propriétés [71]. Les substrats de SrTiO₃ et LaAlO₃ présentent les meilleurs accords de maille avec l'YBaCuO. Cependant, l'application envisagée impose très souvent le choix de substrats qui ne sont pas idéaux pour la croissance cristalline. C'est le cas du MgO et du saphir (Al₂O₃), qui sont préférés au SrTiO₃ pour les applications hyperfréquences en raison de leurs faibles pertes diélectriques, et du silicium.

	Réseau cristallin	Paramètre de maille (nm)	Désadaptation maximale avec YBaCuO (%)	Coef. de dilatation ($10^{-6} / K$)	ϵ	$\tan \delta$ à 10 GHz et 77 K
SrTiO ₃	cubique	0,3905	1,2	11,1	2200	10^{-3}
MgO	cubique	0,421	9,0	13,8	9,6 - 10	$6,2 \cdot 10^{-6}$
Al ₂ O ₃	hexagonal	a = 0,476 c = 1,299	21,0	8,0	9,4 - 11,6	10^{-8}
LaAlO ₃	rhomb.	0,5357 $\alpha = 60^{\circ}6'$	1,8	10,0	20,5 - 27	$7,6 \cdot 10^{-6}$
Y:ZrO ₂	cubique	0,523	35,5	11,0	25	$8 \cdot 10^{-3}$ à 300 GHz
Si	cubique	0,543	40,6	3,8	11,4	$4 \cdot 10^{-4}$ à 300 GHz
YBa ₂ Cu ₃ O ₇	orthorhomb	a = 0,38856 b = 0,38185 c = 1,16804	-	14,0 13,0 25,0	-	-

tableau 2-1: Paramètres cristallins et quelques propriétés des principaux substrats utilisés pour la croissance de l'YBaCuO. ϵ est la constante diélectrique et $\tan \delta$ la tangente de pertes, d'après [71].

b) Intérêts du choix du substrat de silicium.

Malgré le fait qu'il ne satisfait pas tous les critères de sélection définis ci-dessus, l'utilisation du silicium comme substrat de croissance de l'YBaCuO présentent de nombreux intérêts. De façon générale, le développement d'une électronique supraconductrice à haute température critique sera favorisée par l'utilisation des substrats de la microélectronique à semiconducteurs, principalement basés sur le silicium: silicium, silicium sur isolant (SOI), et aussi silicium sur saphir (SOS). Dans le cas des bolomètres, on pourrait imaginer par exemple la réalisation de pixels de détection supraconducteurs sur le même substrat qu'un amplificateur à semiconducteurs refroidi. Au delà des perspectives d'hybridation, le substrat de silicium est très utilisé, et donc beaucoup moins cher que les substrats plus spécifiques de l'YBaCuO. Le prix en francs par cm² d'un substrat de silicium est d'environ 3 alors que celui du SrTiO₃ par exemple est d'environ 300.

Enfin, le substrat de silicium est idéal pour la fabrication de bolomètres YBaCuO suspendus, car:

- il existe de nombreuses techniques de gravure du silicium.
- des films épitaxiés d'YBaCuO sur silicium ont été obtenus par plusieurs laboratoires [72].
- le silicium est transparent dans l'infrarouge lointain. La figure 2-13 montre que c'est le seul substrat parmi les substrats utilisés pour l'YBaCuO à être transparent au-dessus de 16 μm [73, 74, 75]. Dans l'infrarouge lointain, il peut être intéressant d'éclairer le détecteur, muni d'une antenne, par l'arrière du substrat car l'adaptation d'indice est alors meilleure qu'avec le vide.

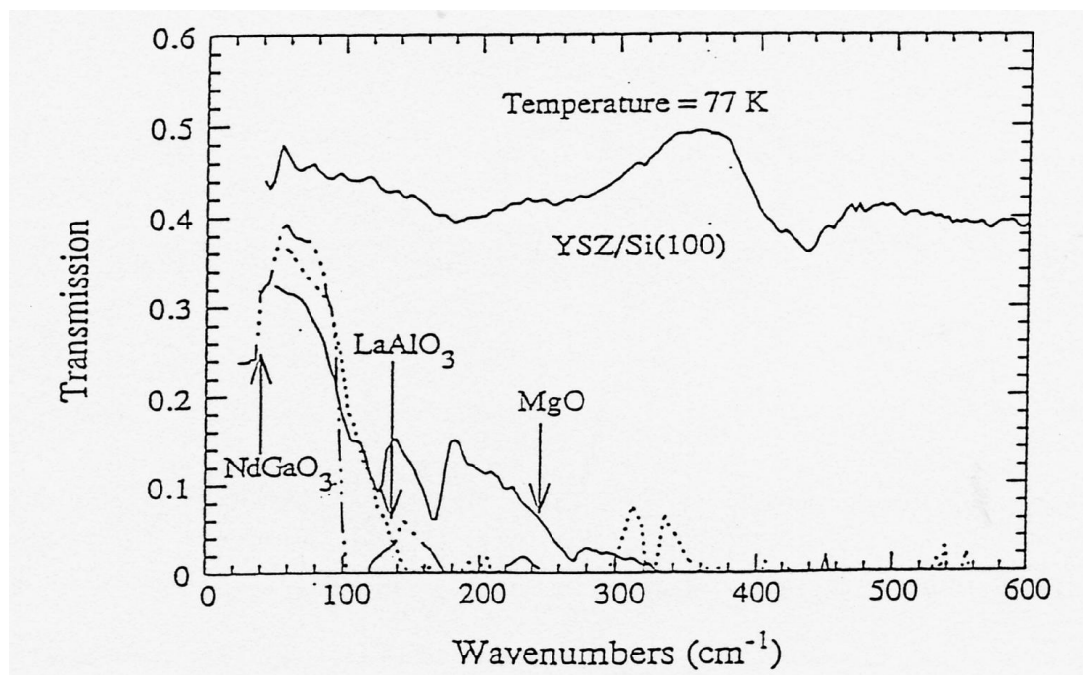


figure 2-13: Transmission infrarouge dans le domaine 16 - 500 μm de substrats couramment utilisés avec l'YBaCuO, d'après [73, 74, 75].

c) *Les problèmes posés par le substrat de silicium et les solutions retenues.*

Le silicium présente principalement trois difficultés pour la croissance de l'YBaCuO:

- le silicium et l'YBaCuO ont des coefficients de dilatation très différents (respectivement $3,8 \cdot 10^{-6}$ et $13 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ en moyenne sur (a, b)).

Puisque l'YBaCuO est déposé à haute température, son épaisseur doit être limitée à environ 50 nm afin de garder une bonne élasticité et d'éviter l'apparition de craquements dans la couche [72, 76]. Dans toute notre étude, **l'épaisseur d'YBaCuO est fixée à 40 nm.**

• le silicium et l'YBaCuO interdiffusent à la température de dépôt.

Il apparaît que l'élément barium forme facilement le composé BaSiO_4 [77, 78]. La stoechiométrie nécessaire à l'YBaCuO n'est plus respectée et les films déposés directement sur silicium ne présentent pas de bonnes propriétés supraconductrices [79, 80]. Ce problème est probablement le principal posé par le silicium. Trois solutions sont reportées dans la littérature [81]:

(i) *s'éloigner de la région d'interface en déposant des films épais (au dessus de $3\ \mu\text{m}$).*

Des températures critiques de 45 K jusqu'à 90 K ont été obtenues ainsi par pulvérisation [82] et par projection conjuguée avec un recuit rapide [83] respectivement. Les densités de courant critique sont certainement faibles (quelques centaines d'A / cm^2 à 77 K).

(ii) *réduire la température de dépôt ou réaliser un recuit rapide.*

La plus haute température critique (85 K) a été obtenue par co-évaporation lors d'un procédé de dépôt ne dépassant pas la température de $650\ ^\circ\text{C}$ [84]. Il faut remarquer que cette voie est intéressante, afin d'être compatible avec la technologie des semiconducteurs. Cependant, des transitions au-dessus de 77 K n'ont pas encore été obtenues à des températures de dépôt encore plus faibles (proches de $450\ ^\circ\text{C}$). Les plus hautes densités de courant critiques obtenues sur des films déposés directement sur silicium ne dépassent pas $9\ 10^4\ \text{A} / \text{cm}^2$ à 4,2 K [85].

(iii) *intercaler une couche tampon faisant office de barrière entre les deux matériaux.*

Dans le tableau 2-2, nous avons reporté quelques résultats de la littérature concernant les films minces d'YBaCuO déposés sur un substrat de silicium en utilisant une couche tampon. Les meilleurs résultats ont été obtenus avec une couche tampon d'YSZ (Zircone stabilisée à l'yttrium) par Fork et al. [72]. Les auteurs ont atteint des températures critiques de 86 à 88 K et des densités de courant critique de $2,2\ 10^6\ \text{A} / \text{cm}^2$ à 77 K.

En conclusion, nous avons choisi d'éviter l'interdiffusion du Si et de l'YBaCuO en utilisant une couche tampon d'YSZ. **Nous étudierons par la suite cette simple couche tampon YSZ ainsi qu'une double couche tampon CeO_2 / YSZ**, qui permet d'améliorer la qualité des films d'YBaCuO [86, 87, 88]. Dans notre cas, l'usage d'une couche entre Si et YBaCuO est particulièrement intéressant, puisque celle-ci pourra servir de membrane de support pour le film d'YBaCuO suspendu.

Auteurs	Année	Couches tampons	T _c (R=0)	J _c (A / cm ²)
Lee [79]	1988	sans	76 K	-
Venkatessen [80]	1988	sans	50 K	-
Venkatessen [80]	1988	SiO ₂	25 K	-
Mogro-Campero [89]	1988	ZrO ₂ / SiO ₂	83 K	-
Harada [90]	1988	MgO	45 K	-
Venkatessen [80]	1988	ZrO ₂	80 K	5 10 ⁴ à 10 K
Harada [90]	1988	ZrO ₂	82 K	-
Chin [91]	1988	ZrO ₂	65 K	-
Puzzer [92]	1989	ZrO ₂	60 K	-
Krasnosvobodtsev [93]	1991	ZrO ₂	88,5 K	-
Wu [94]	1989	MgAl ₂ O ₄ / BaTiO ₃	86 K	5,8 10 ⁴ à 77 K
Fork [72]	1990	YSZ	86-88 K	2,2 10 ⁶ à 77 K
Ogale [95]	1990	YSZ	86 K	-
Myoren [96]	1990	YSZ	80 K	10 ⁴ à 77 K
Sanchez [97]	1992	YSZ	82 K	-
Lubig [98]	1992	YSZ	86 K	10 ⁶ à 77 K
Lecoeur [99]	1994	YSZ	80 K	-
Myoren [96]	1990	Y ₂ O ₃ / YSZ	84 K	10 ⁶ à 77 K
Copetti [86] sur SOS	1993	CeO ₂ / YSZ	90 K	2 10 ⁶ à 77 K
Aguiar [87] sur Si	1994	CeO ₂ / YSZ	83 K	-
Y. Li [100] sur CoSi ₂ / Si	1995	CeO ₂ / YSZ	87 - 89 K	-
Belousov [101]	1995	BaSiO ₄	75 K	-

tableau 2-2: Quelques résultats de la littérature concernant les films minces d'YBaCuO déposés sur silicium avec une couche tampon.

- le substrat de silicium présente toujours un oxyde natif de SiO₂ amorphe à sa surface.

La présence d'une couche d'oxyde amorphe empêche a priori le démarrage d'une croissance épitaxiale sur le substrat même si celui est monocristallin. Plusieurs groupes ont fait des études complètes sur des techniques de nettoyage et de passivation de la surface par gravure dans une solution d'acide fluorhydrique [102, 103, 104]. Le principe consiste à graver le SiO₂ avec l'acide HF, et à hydrogéner la surface en formant des liaisons Si-H, afin de la rendre passive vis à vis d'une nouvelle oxydation lors du transfert du substrat vers le groupe de dépôt. Il faut ensuite chauffer le substrat au dessus de 800 °C dans un très bon vide, de façon à volatiliser ces liaisons de surface et à retrouver une surface de silicium non oxydée au moment du dépôt. Dans un premier temps, nous avons essayé de reproduire cette méthode, mais nous l'avons rapidement abandonnée. En effet, l'étape de gravure et

d'hydrogénation de la surface du substrat peut se révéler très contaminante si elle n'est pas effectuée dans des conditions d'extrême propreté. A titre de comparaison, la résistivité de l'eau déionisée utilisée dans les articles cités est de l'ordre de 16 M Ω alors que la nôtre est de 10 M Ω au mieux. De plus, notre groupe de dépôt ne permet pas de chauffer au dessus de 800 °C afin de retirer l'hydrogène de surface.

Nous avons alors choisi de ne rien faire plutôt que de mal faire, c'est à dire de **ne pas graver l'oxyde natif avant les dépôts** comme cela est préconisé en références [76, 98]. Les auteurs expliquent que le démarrage de l'épitaxie sur le silicium naturellement oxydé est possible lorsqu'on utilise une première couche tampon de YSZ (ou ZrO₂). Lors des premiers instants du dépôt sous vide, le Zr métallique arrive sur le substrat et réagit avec le SiO₂ selon la réaction suivante:



Le composé SiO formé étant plus volatile que SiO₂, il s'évapore et laisse une surface de silicium libre pour démarrer la croissance épitaxiale d'YSZ. On peut ensuite augmenter la pression d'oxygène de façon à conserver une stoechiométrie correcte.

3 - Détermination des conditions de dépôt.

a) Préparation du substrat de silicium.

Nous utilisons des substrats de silicium (001) de type n (résistivité 1-3 $\Omega\cdot\text{cm}$), découpés à la dimension 1 \times 1 cm² et d'épaisseur 400 μm . Ils sont simplement dégraissés aux ultrasons avant d'être introduits dans l'enceinte de dépôt. La procédure comprend trois étapes de durée 10 minutes environ: trichloroéthane, acétone, alcool isopropylique.

b) Pression de dépôt d'YSZ.

Pour les deux couches tampons que nous avons étudiées (YSZ et CeO₂ / YSZ), l'YSZ est toujours déposé le premier sur le substrat de silicium. Les substrats introduits dans l'enceinte de dépôt possèdent une couche d'oxyde natif. Afin d'éviter la croissance supplémentaire de l'oxyde de silicium, les substrats sont chauffés jusqu'à la température de dépôt sous un vide résiduel de 4 10^{-4} Pa. Les tirs commencent à cette pression de façon à favoriser la réaction (2-2) décrite ci-dessus. Après 30 secondes environ, la vanne plateau est fermée partiellement jusqu'à atteindre la pression de 6 10^{-3} Pa. Cette pression est maintenue pendant tout le dépôt par réglage de la fermeture de la vanne. Il faut remarquer que la pression de dépôt d'YSZ est statique et qu'il n'y a pas d'introduction d'oxygène.

La valeur de 6 10^{-3} Pa est le résultat d'une optimisation déduite des mesures de spectres θ -2 θ et ω -scans sur la raie (002) de l'YSZ. A plus haute pression dynamique d'oxygène (6,5

Pa), les couches d'YSZ étaient orientées aléatoirement. On peut expliquer cela par la croissance de l'oxyde SiO_2 à travers la couche d'YSZ pendant le dépôt qui perturberait alors l'épitaxie. Des films déposés à la pression résiduelle de $4 \cdot 10^{-4}$ Pa montraient les deux orientations (001) et (111).

c) Température de dépôt d'YSZ.

Pour déterminer la température de dépôt d'YSZ, nous avons cherché à obtenir les plus petites valeurs de FWHM des ω -scans des pics (002) (ou de la désorientation moyenne autour du pic (002) d'YSZ) (figure 2-14). Plus la température de dépôt est élevée, plus cette valeur est petite. Cependant, sur la même figure 2-14, nous avons reporté l'évolution du rapport des intensités des pics ZrO_2 (004) sur YSZ (004) en fonction de la température de dépôt. Au dessus de 780 °C, ce rapport, qui traduit la dissociation de l'YSZ en ZrO_2 , atteint des valeurs non négligeables. Nous avons alors choisi la température de dépôt intermédiaire de 770 °C.

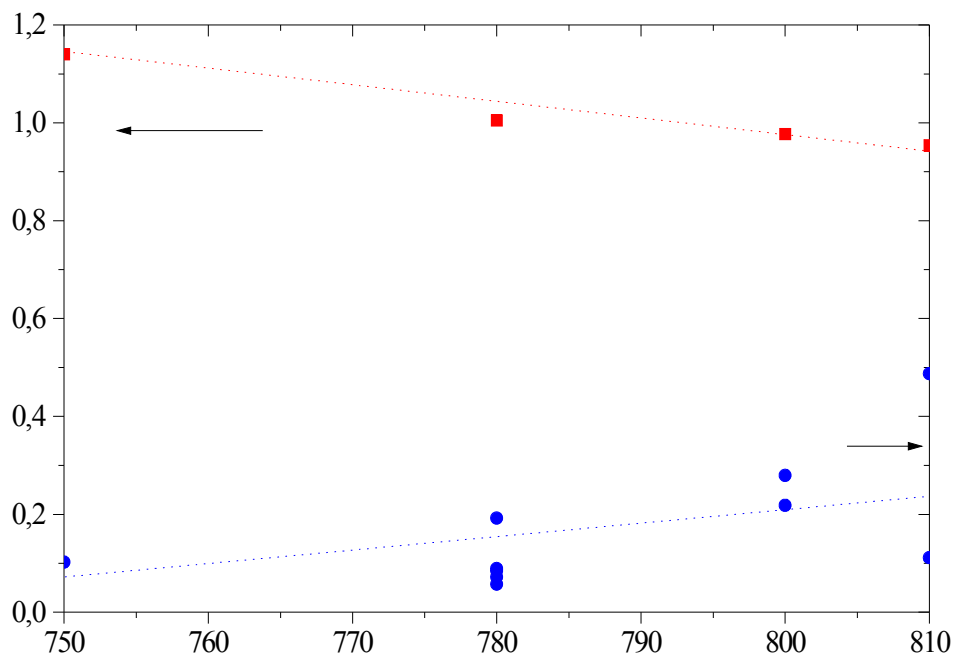


figure 2-14: Influence de la température de dépôt sur la désorientation moyenne autour du pic (002) d'YSZ (■) et évolution du rapport des intensités des pics ZrO_2 (004) sur YSZ (004) en fonction de la température de dépôt (●).

d) *Résumé des conditions de dépôt retenus pour les trois couches.*

Dans le tableau 2-3, nous avons rassemblé les conditions de dépôt des trois matériaux YSZ, CeO₂ et YBaCuO. Les conditions de dépôt de l'YBaCuO sont expliquées au paragraphe III-1. Celles de CeO₂ ne se sont pas révélées très critiques et ont été fixées à des valeurs proches de celles d'YBaCuO: 720 °C et 40 Pa de pression dynamique d'oxygène.

Couche	YSZ	CeO ₂	YBaCuO
Température de dépôt (°C)	770	720	720
Pression de dépôt O ₂ (Pa)	6 10 ⁻³	40	65
Vitesse de dépôt (nm/tir)	0,012	0,038	0,035
Energie du laser (mJ)	230	300	230
Fréquence (Hz)	5	1	2

tableau 2-3: Résumé des conditions de dépôts des trois matériaux utilisés.

4 - Analyse de la texture des films.

Un exemple de spectre 1-21 mesuré sur un film d'YBaCuO d'épaisseur 40 nm déposé sur une double couche de CeO₂ / YSZ est reporté sur la figure 2-15. Les spectres enregistrés avec une simple couche tampon d'YSZ sont similaires, la seule différence étant la présence ou l'absence du pic (002) correspondant au CeO₂. Sur le spectre 1-21 ci-dessous, nous observons les pics (002) et (004) de la structure cubique YSZ et le pic (002) de la structure cubique CeO₂. La texture axe c perpendiculaire au substrat est celle que nous recherchons pour l'YBaCuO. Elle correspond à une orientation des plans CuO₂ parallèlement au substrat, et se traduit par la seule présence des pics correspondant aux réflexions (00l) sur le spectre. Nous pouvons également observer la présence des phases parasites BaZrO₃, BaCeO₃, Y₂O₃, CuO.

Le tableau 2-4 rassemble les valeurs des désorientations moyennes de la texture de chaque matériau. La valeur moyenne obtenue sur le pic (005) d'YBaCuO est 0,8°, le meilleur résultat étant 0,7°. Cela est encore loin des résultats obtenus sur SrTiO₃: 0,25° et sur MgO: 0,41° [63], mais est tout de même acceptable.

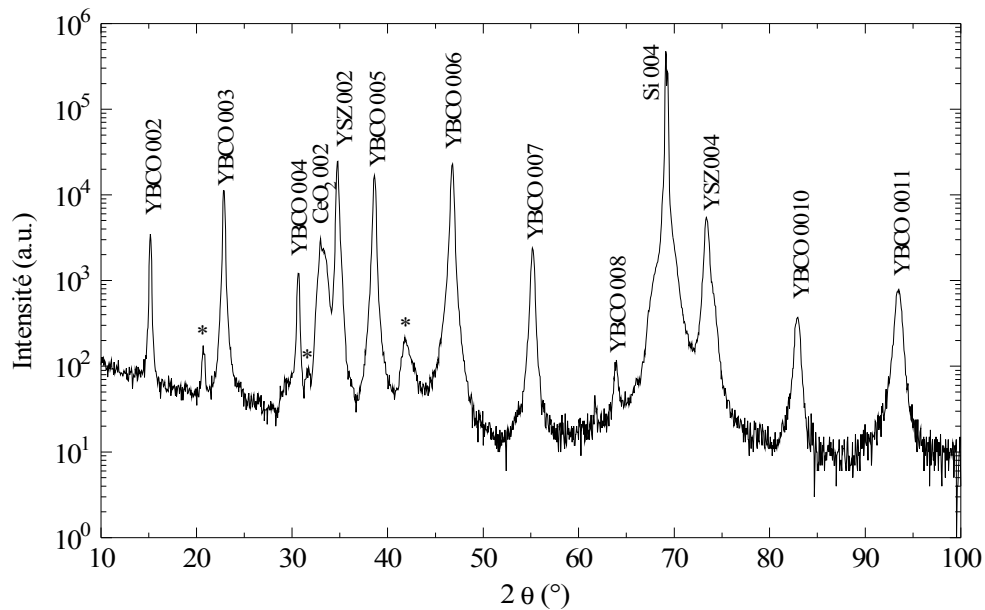


figure 2-15: Spectre de diffraction 1-21 enregistré sur un film d'YBaCuO d'épaisseur 40nm déposé sur une double couche tampon CeO_2 / YSZ sur silicium (001). Les pics des phases parasites sont signalées par une astérisque.

ω -scan FWHM	pic YSZ (002)	pic CeO_2 (002)	pic YBaCuO (005)
Valeur moyenne	1°	$1,4^\circ$	$0,8^\circ$
Meilleur résultat	$0,8^\circ$	1°	$0,7^\circ$

tableau 2-4: ω -rocking curve FWHM de chaque couche.

5 - Orientation épitaxiale des films d'YBaCuO dans le plan.

a) Directions considérées dans l'étude.

La figure 2-16 est une projection stéréographique sur laquelle sont représentés les pôles des familles de plans diffractants utilisés dans cette étude. La construction d'une telle projection est expliquée en annexe D.

Nous avons utilisé:

- pour le silicium: les familles de plans de type $\{224\}$ qui coupent la surface (001) selon les directions $[100]$ et $[1\bar{1}0]$.
- pour l'YSZ et le CeO_2 : les familles de plans de type $\{024\}$ qui coupent la surface (001) selon les directions $[100]$ et $[010]$.

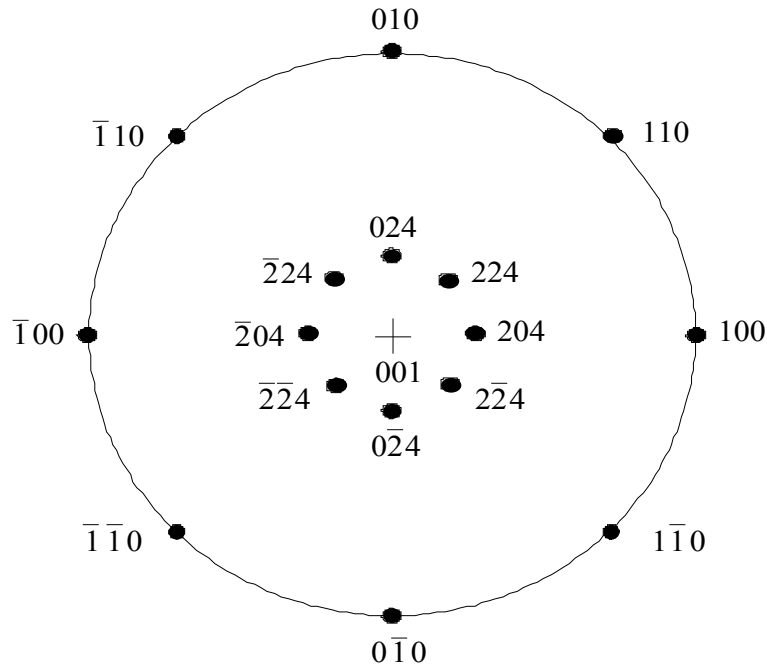


figure 2-16: Projection stéréographique simplifiée d'un cristal cubique (001).

- pour l'YBaCuO orthorhombique: les plans (108) et $(\bar{1}08)$ qui coupent la surface (001) selon la direction [010] et les plans (018) et $(0\bar{1}8)$ qui coupent la surface (001) selon la direction [100]. Les paramètres de maille a et b de la structure étant très voisins, les angles entre chaque plan (018) et (108) avec la surface (001) sont très voisins ($20,6^\circ$ et $20,9^\circ$ respectivement). Cela permet de recueillir par le mouvement de rotation ϕ les quatre réflexions séparés de 90° les unes des autres pour la même position du détecteur et le même angle d'incidence ω (figure 2-5).

b) Influence de l'épaisseur de la couche d'YSZ sur l'orientation épitaxiale des films d'YBaCuO déposés sur YSZ / Si.

La figure 2-17 contient des spectres de diffraction en mode ϕ -scan traduisant les relations d'épitaxie entre l'YBaCuO et l'YSZ pour différentes épaisseurs de la couche d'YSZ. L'axe de rotation ϕ était positionné parallèlement à l'axe [001] des différents matériaux. La position relative des différents pics nous indique que:

- la structure cubique d'YSZ se superpose cube à cube avec celle du silicium. Le décalage de 45° en ϕ entre les pics des familles de plans {224} du silicium et ceux des familles {024} de l'YSZ montre que les directions de mêmes indices hkl sont superposées (Si [100] parallèle à YSZ [100] par exemple).

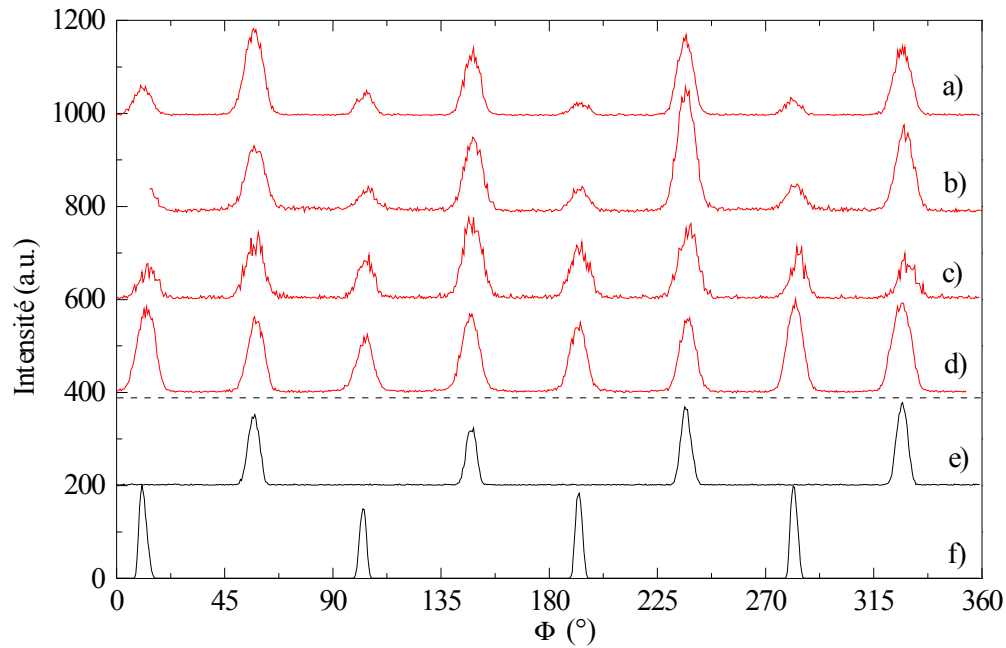


figure 2-17: Spectres de diffraction en mode ϕ -scan traduisant les relations d'épitaxie entre les familles de plans $\{108\}$ et $\{018\}$ de l'YBaCuO (40 nm) déposé sur YSZ / Si pour différentes épaisseurs de la couche d'YSZ: a) 200 nm; b) 100 nm; c) 50 nm; d) 30 nm et e) les familles de plans $\{024\}$ de l'YSZ (spectre typique de l'YSZ pour ces épaisseurs) et f) les familles de plans $\{224\}$ du Si.

- la couche d'YBaCuO possède deux orientations dans le plan. Lors de la rotation en mode ϕ -scan, on obtient en effet huit pics de diffraction séparés de 45° (au lieu de quatre séparés de 90°). Nous noterons SR1 le sous-réseau correspondant aux pics apparaissant aux mêmes angles que ceux de l'YSZ, et SR2 l'autre sous-réseau. La figure 2-19 schématise la situation: les axes a et b de l'YBaCuO sont alignés avec l'YSZ, ou tournés de 45° .
- les deux orientations de l'YBaCuO sont en proportion égale lorsque la couche d'YSZ est de faible épaisseur. Sur les courbes c et d, les pics des réseaux SR1 et SR2 sont égaux.
- l'orientation cube à cube de l'YBaCuO sur YSZ (YBaCuO $[100]$ parallèle à YSZ $[100]$) devient prépondérante lorsque l'épaisseur d'YSZ augmente. L'intensité des pics de SR2 est moins forte que celle de SR1 sans toutefois s'annuler complètement (courbes a et b).

La proportion de chaque orientation dans la couche d'YBaCuO dépend de l'épaisseur de la sous-couche d'YSZ. Nous avons cherché à expliquer cela par la variation du paramètre de maille apparent de l'YSZ sur Si en fonction de son épaisseur:

1. Notre cible d'YSZ étant composée de 5 % molaire d' Y_2O_3 , son paramètre de maille calculé vaut 0,512 nm [105, 106]. La valeur mesurée sur les spectres θ -2 θ est égale à 0,515 nm. Le paramètre de maille du silicium étant 0,543 nm, les couches fines d'YSZ ont tendance à être étirées. Lorsque les couches d'YSZ deviennent plus épaisses, la contrainte imposée par le substrat de silicium se relâche et le paramètre de maille apparent d'YSZ diminue progressivement vers 0,512 nm.
2. Afin d'expliquer cette prédominance de SR1 obtenue sur les films d'YSZ d'épaisseur 100 et 200 nm, nous avons calculé le désaccord de maille entre YBaCuO et YSZ à 1000 K (température de dépôt de l'YBaCuO), en recherchant la plus proche coïncidence des sites d'oxygène, comme cela est suggéré par Garrison et al. [107]. Nous avons alors considéré trois mailles d'YSZ pour quatre d'YBaCuO dans le cas SR1, et une maille d'YSZ pour la racine carrée de deux mailles d'YBaCuO dans le cas SR2. Nous obtenons un désaccord égal à 0,8 % pour SR1 (alignement cube à cube) et à 6,7 % pour SR2 (rotation de 45°). Cela confirme bien que l'alignement cube à cube est favorisé lorsque le paramètre de maille d'YSZ se rapproche de 0,512 nm. Les calculs montrent également que le désaccord de maille dans le cas SR2 est réduit si des plus grand paramètre de maille sont considérés.

Nos résultats sont cohérents avec les articles de Fork et al. [108] et Lubig et al. [98], qui utilisent des cibles d'YSZ de composition respective 9 et 6 % molaire. Le paramètre de maille de leur matériau YSZ est donc plus grand que le nôtre, puisque le paramètre de maille de la zircone yttrée augmente avec sa proportion d' Y_2O_3 . Ils observent tous les deux une seule orientation des films d'YBaCuO sur YSZ / Si, dans laquelle les axes (a, b) sont tournés de 45° par rapport à l'YSZ.

Conclusion:

Nous déduisons de ces observations que le sous-réseau SR1 est favorisé lorsque la couche tampon présente un paramètre de maille proche de 0,512 nm, et, à l'inverse, que le sous-réseau SR2 est favorisé lorsque le paramètre de maille est plus grand que 0,512 nm. Puisque nous n'avons jamais réussi à réduire suffisamment la maille apparente d'YSZ de façon à n'obtenir que SR1, nous allons introduire une couche de plus grand paramètre entre YSZ et

YBaCuO de façon à n'obtenir que SR2, soit une rotation totale de 45° de la couche d'YBaCuO par rapport à cette couche.

c) Alignement épitaxial des films d'YBaCuO obtenu avec l'introduction d'une couche de CeO₂

Notre hypothèse est confirmée par l'introduction d'une couche de CeO₂ entre YSZ et YBaCuO. Le CeO₂ apparaît comme le matériau idéal puisque son paramètre de maille vaut 0,541 nm, ce qui correspond à la diagonale de la maille (a,b) de l'YBaCuO: $0,38 \text{ nm} \times \sqrt{2} = 0,541 \text{ nm}$. Les quatre pics observés sur le spectre en mode ϕ -scan de la figure 2-18-a révèle effectivement l'existence d'une seule orientation dans la couche d'YBaCuO. Ce spectre a été mesuré sur un film d'YBaCuO d'épaisseur 40 nm déposé sur une bi-couche CeO₂ (10 nm) / YSZ (70 nm) sur silicium. La structure de l'YBaCuO est alors complètement tournée de 45° par rapport à la structure du CeO₂ (YBaCuO [100] est parallèle à CeO₂ [110]). La structure du CeO₂ est elle-même alignée cube à cube avec celle de l'YSZ et du Si.

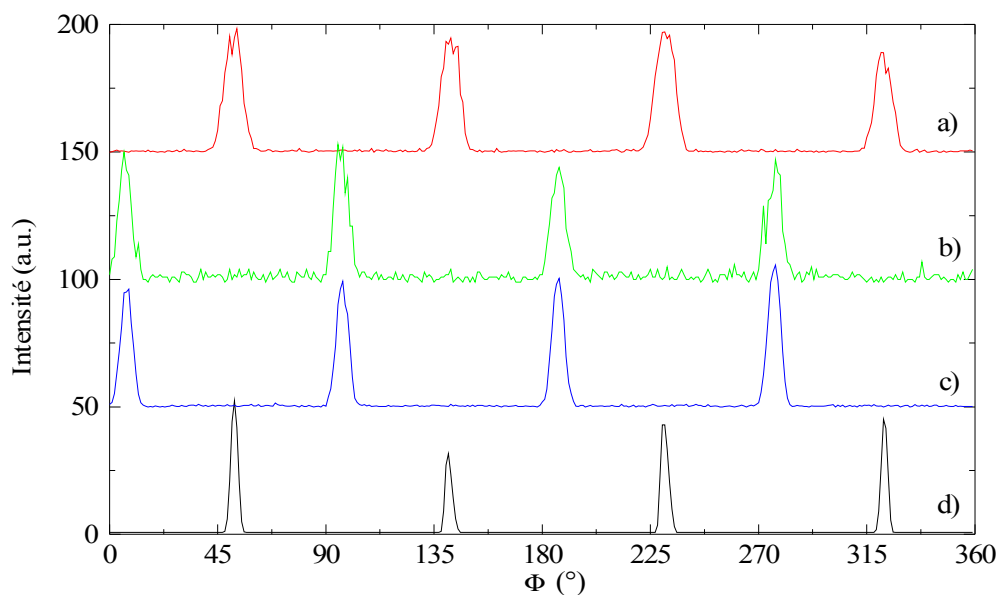


figure 2-18: Spectres de diffraction en ϕ -scan traduisant les relations d'épitaxie entre:

- a) les familles de plans $\{108\}$ et $\{018\}$ de l'YBaCuO (40 nm)*
- b) les familles de plans $\{024\}$ du CeO₂ (10 nm)*
- c) les familles de plans $\{024\}$ de l'YSZ (70 nm)*
- et d) les familles de plans $\{224\}$ du Si.*

d) *Résumé des relations épitaxiales obtenues dans les deux cas.*

Sur la figure 2-19, nous avons représenté les relations épitaxiales que nous avons déduites des spectres en mode ϕ -scan précédents. Les structures cubiques d'YSZ et de CeO_2 sont alignées cube à cube avec celle du silicium. Dans le cas d'une simple couche tampon YSZ, la couche d'YBaCuO possède deux orientations dans le plan: les axes a et b de l'YBaCuO sont alignés avec l'YSZ, ou tournés de 45° . Dans le cas de la double couche tampon CeO_2 / YSZ, les films d'YBaCuO n'ont qu'une seule orientation épitaxiale, dans laquelle les axes (a, b) sont tournés de 45° par rapport au CeO_2 .

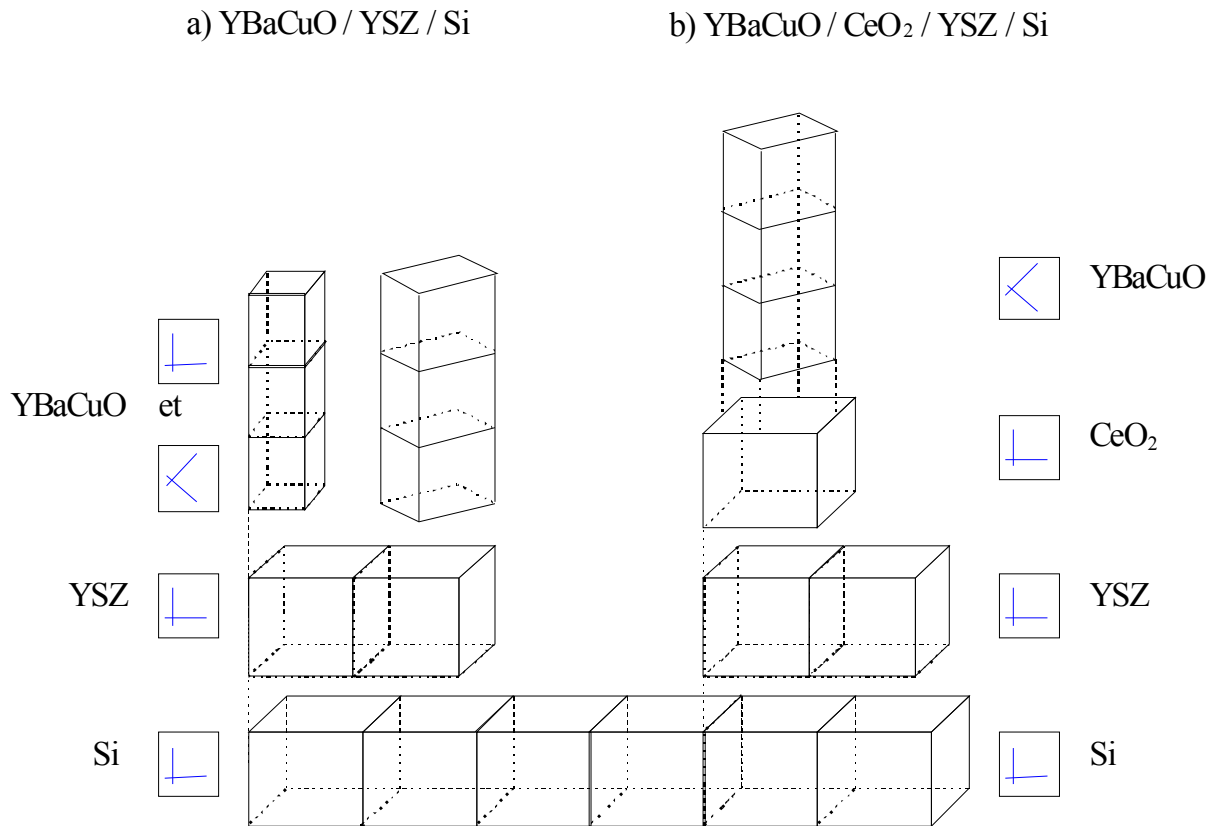


figure 2-19: Représentation schématique des relations d'épitaxie entre les différentes couches déduites des mesures de ϕ -scan.

6 - Caractéristiques $R(T)$ en fonction des épaisseurs de couches tampons.

a) *Influence de l'épaisseur d'YSZ sur les caractéristiques $R(T)$ des films d'YBaCuO sur YSZ / Si.*

Nous avons mesuré les caractéristiques $R(T)$ des quatre films d'YBaCuO sur YSZ / Si que nous avons caractérisés en mode ϕ -scan. Les caractéristiques sont reportées sur la figure 2-20 pour les différentes épaisseurs de la couche d'YSZ. La résistance chute toujours à partir de 90 K. Une chute abrupte avec une température critique T_c ($R=0$) de 88 K est observée dans

le cas d'une épaisseur de couche d'YSZ de 100 nm. Pour les épaisseurs de 30 nm et 50 nm, la transition s'étend de 20 K à 90 K. Ce phénomène doit être mis en relation avec les deux orientations observées en proportion égale sur les spectres ϕ -scan de la figure 2-17. Cependant, dans le cas de l'épaisseur 200 nm, la proportion de chaque orientation était similaire à celle obtenue avec la couche d'épaisseur 100 nm. Nous supposons que l'ensemble des couches était alors trop épaisse et trop rugueux, ce qui a provoqué l'apparition de craquelures et de marches dans les films. Cette hypothèse n'a été vérifiée par aucune observation.

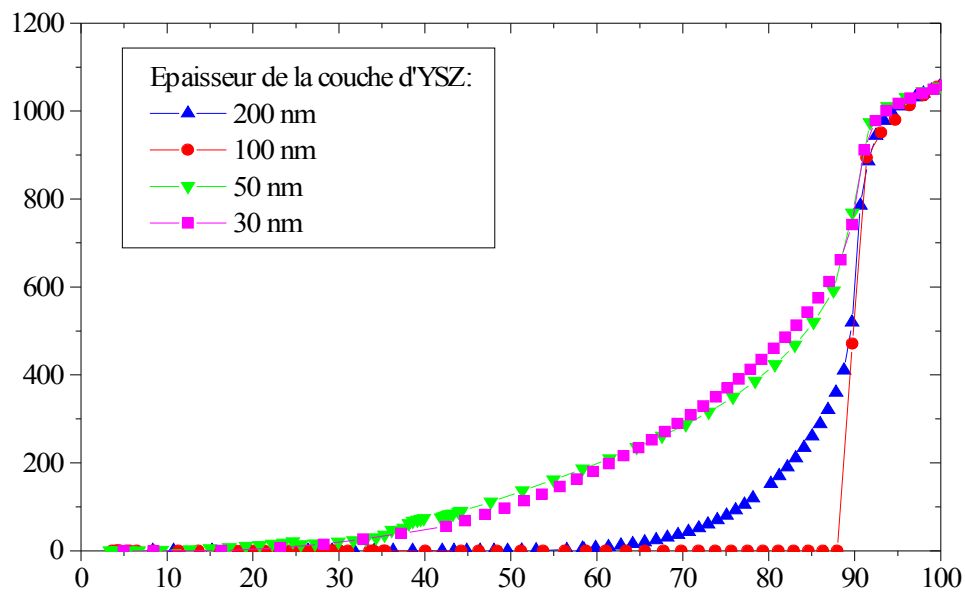


figure 2-20: Caractéristiques $R(T)$ de films d'YBaCuO d'épaisseur 40 nm déposés sur YSZ / Si en fonction de différentes épaisseurs de la couche de YSZ.

b) *Influence de l'épaisseur de CeO_2 sur les caractéristiques $R(T)$ des films d'YBaCuO sur CeO_2 / YSZ / Si.*

Nous fixons l'épaisseur d'YSZ à 70 nm. Les caractéristiques $R(T)$ de films d'YBaCuO déposés sur CeO_2 / YSZ / Si sont reportées sur la figure 2-21 pour différentes épaisseurs de la couche de CeO_2 . Le meilleur résultat a été obtenu en utilisant une couche de 10 nm. Au-dessous de cette valeur, les couches de CeO_2 ne sont pas très homogènes. Au dessus, le $R(T)$ du film d'YBaCuO présente un transition élargie. Cela peut s'expliquer par l'augmentation de la rugosité des couches de CeO_2 à ces épaisseurs. L'épaisseur de la couche de CeO_2 est donc un paramètre critique pour l'obtention de films d'YBaCuO de bonne qualité.

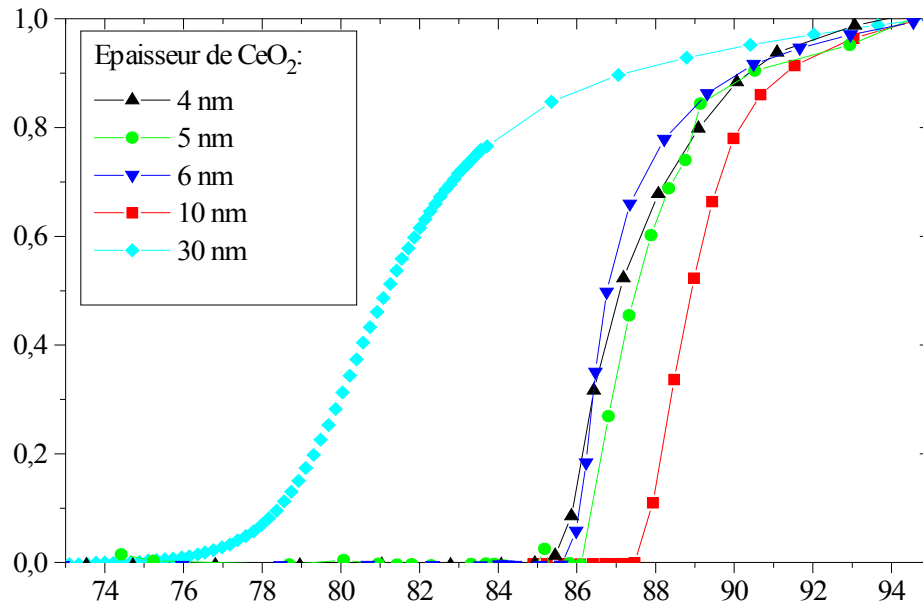


figure 2-21: Caractéristiques $R(T)$ de films d'YBaCuO d'épaisseur 40 nm déposés sur une double couche tampon CeO_2 / YSZ (70 nm) sur silicium en fonction de différentes épaisseurs de la couche de CeO_2 .

7 - Caractéristiques des films d'YBaCuO optimisés sur silicium.

a) Epaisseurs de couches choisies.

La figure 2-22 et le tableau 2-5 résument l'empilement et les épaisseurs de couches optimisés de façon à obtenir des films d'YBaCuO épitaxiés et de température critique élevée.

Couche	YSZ	CeO_2	YBaCuO
Epaisseur (nm)	70	10	40
Domaine d'épaisseur conseillé (nm)	50 - 100	8 - 10	< 50

tableau 2-5: Epaisseurs de couches conseillées pour l'obtention de films d'YBaCuO ayant de bonnes qualités supraconductrices.

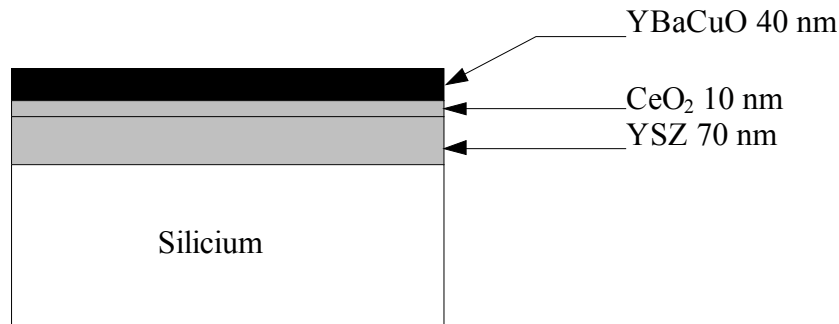


figure 2-22: Représentation schématique de l'empilement et des épaisseurs de couches donnant les meilleurs résultats.

b) Caractéristiques $R(T)$.

La caractéristique $R(T)$ obtenue typiquement sur les films d'YBaCuO optimisés est représentée sur la figure 2-23. La température critique des films dépasse 88 K, pour une largeur de transition inférieure à 2,5 K. Le rapport de la résistance à 300 K sur la résistance à 100 K est proche de trois, ce qui est cohérent avec les résultats généralement obtenus sur des films d'YBaCuO épitaxiés sur des substrats monocristallins.

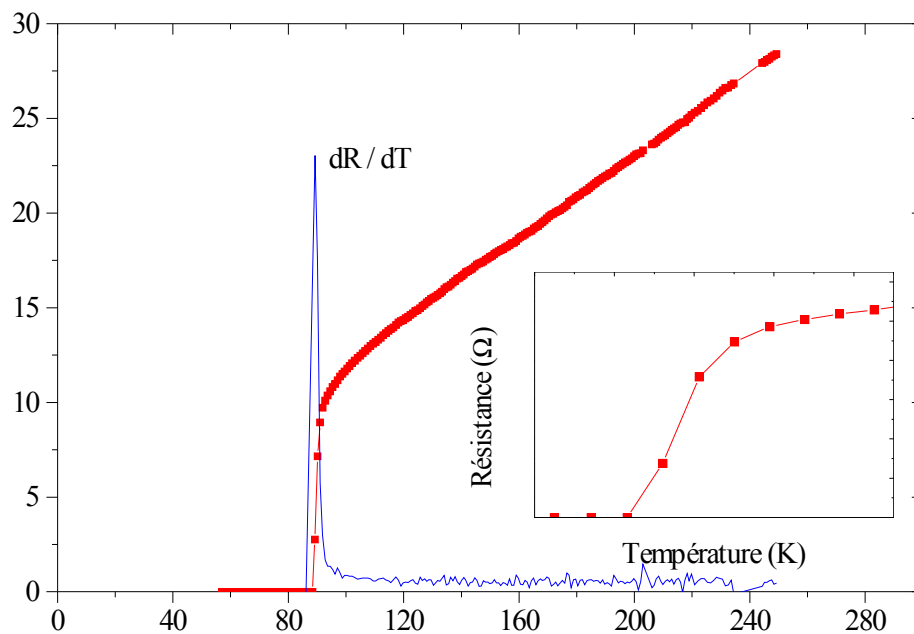


figure 2-23: Caractéristique $R(T)$ typique obtenue sur les films d'YBaCuO d'épaisseur 40 nm déposés sur CeO₂ (10 nm) / YSZ (70 nm) / Si

c) *Densité de courant critique $J_c(T)$.*

Nous avons gravé une ligne de largeur $10\ \mu\text{m}$ et de longueur $50\ \mu\text{m}$ de façon à mesurer le courant critique. Les résultats reportés sur la figure 2-24 ont été mesurés sur les caractéristiques courant-tension des échantillons en prenant un critère en tension de $10\ \mu\text{V}$ (champ électrique = $0,2\ \text{V} / \text{m}$). Les films présentent alors des densités de courant critique supérieures à $10^6\ \text{A} / \text{cm}^2$ à $77\ \text{K}$. Cette valeur est de l'ordre de grandeur de celle obtenue sur les bons films déposés sur d'autres types de substrats.

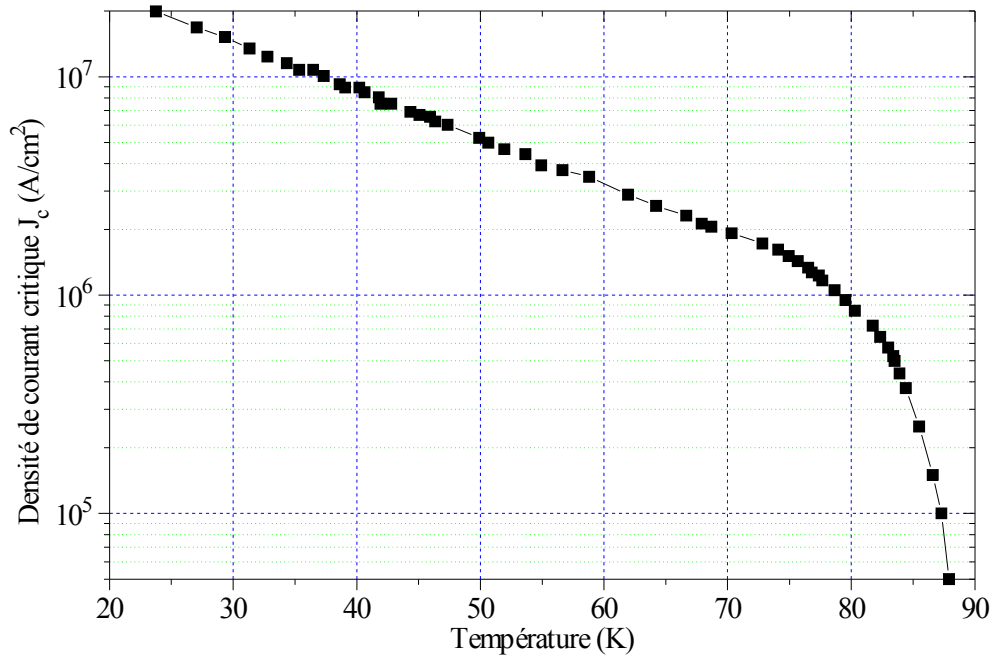


figure 2-24: Evolution de la densité de courant critique avec la température mesurée sur un film d'YBaCuO d'épaisseur $40\ \text{nm}$ déposé sur CeO_2 ($10\ \text{nm}$) / YSZ ($70\ \text{nm}$) / Si.

d) *Conclusion de l'étude des films d'YBaCuO épitaxiés sur silicium.*

Les performances des films d'YBaCuO que nous réalisons sur silicium sont parmi les meilleures publiées dans la littérature (tableau 2-2). Les couches présentent les caractéristiques que nous recherchons pour la réalisation des bolomètres.

IV -Caractérisations complémentaires des couches d'YBaCuO et des couches tampons

1 - Caractérisation en microscopie électronique en transmission.

Les observations en microscopie électronique à transmission (TEM) ont été réalisées par Cyril VANNUFFEL du Service de Caractérisation Physique des Matériaux du LETI-DOPT. Elles avaient pour but de caractériser les différentes interfaces, substrat-YSZ, YSZ-CeO₂ et CeO₂-YBaCuO, ainsi que le suivi de la croissance à travers les couches. Nous l'avons également utilisée pour valider la technique de mesure d'épaisseur des couches tampons que nous avons mis en place en conjuguant les mesures par ellipsométrie et par réflectivité de rayons X.

L'observation en TEM nécessite une préparation de l'échantillon qui est souvent très dégradante pour l'YBaCuO. Il doit être aminci en deux étapes afin que l'ensemble substrat-couches soit transparent:

- polissage:

Notre cas est favorable puisque le substrat de silicium est facilement abrasé, contrairement aux substrats spécifiques de l'YBaCuO (SrTiO₃, MgO). Lors du premier essai, des précautions particulières ont été prises pour ne pas dégrader l'YBaCuO, en remplaçant l'eau par de l'alcool. Malgré cela, le film d'YBaCuO s'est amorphisé et a disparu à de nombreux endroits. Lors du deuxième essai, le polissage du substrat avec du glycol a donné de meilleurs résultats.

- bombardement ionique:

La dernière étape d'amincissement est réalisée par bombardement ionique, en maintenant l'échantillon à la température de l'azote liquide.

Une vue en coupe de l'empilement YBaCuO / CeO₂ / YSZ / Si est montrée sur la figure de la page ci-contre. Les trois couches déposées sont régulières et il existe une couche d'oxyde amorphe de 3,8 nm entre le silicium et l'YSZ. L'ordre de grandeur de l'épaisseur de cette couche est celle de l'oxyde natif du silicium. Cependant, il est étonnant de constater que malgré sa présence, les couches supérieures ont poussé en respectant la structure du silicium. D'après Matthee et al. et Fenner et al. [76, 109], il est probable que cette couche soit du SiO₂, plutôt que SiZrO₄, et qu'elle se soit formée après le dépôt des couches à cause du grand coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'YSZ. Cela serait cohérent avec l'hypothèse que nous avons formulée en III-2-c, selon laquelle l'oxyde natif disparaît par combinaison avec Zr juste avant le dépôt d'YSZ, permettant ainsi le démarrage de l'épitaxie sur une surface de silicium non oxydée.

Nous avons inséré à la page suivante un cliché de microscopie haute résolution montrant la couche de CeO₂ et une partie de la couche d'YSZ. Elles apportent les informations suivantes:

- les couches d'YSZ et de CeO₂ apparaissent quasi-monocristallines sur une grande surface.
- l'interface entre YSZ et CeO₂ n'est pratiquement pas visible. Cependant, le paramètre de maille d'YSZ étant plus petit que celui de CeO₂, nous observons par endroit un plan supplémentaire dans la structure d'YSZ (dislocations).

2 - Mesure des épaisseurs des couches tampons.

Nous avons vu que les épaisseurs des couches tampons influencent énormément la qualité de l'YBaCuO. L'épaisseur d'YSZ est assez importante pour être mesurée directement par stylet mécanique (α -step). La mesure de l'épaisseur de la couche de CeO_2 pose un problème particulier. En effet, elle est trop fine (de l'ordre de 10 nm) pour être mesurée par α -step. Dans des cas similaires, on étalonne habituellement la vitesse de dépôt sur une couche plus épaisse. Cette solution ne donne pas de bons résultats avec CeO_2 , qui n'est pas de la même qualité lorsque la couche est fine ou épaisse. Nous avons alors voulu mesurer les épaisseurs des couches fines par ellipsométrie.

a) Mesures de l'épaisseur d'YSZ par ellipsométrie spectroscopique optique à angle variable.

Les mesures par ellipsométrie spectroscopique ont été réalisées et interprétées par François BERTIN et Amal CHABLI du Service de Caractérisation Physique des Matériaux du LETI-DOPT.

Cette méthode permet la mesure d'épaisseurs inférieures à 1 μm et d'indices de matériaux en couches minces. Elle utilise le changement de polarisation d'un faisceau lumineux, de longueur d'onde comprise entre 0,25 et 1,7 μm , lors de sa réflexion à l'interface entre deux matériaux d'indices différents. L'épaisseur est déduite d'une modélisation utilisant les indices des matériaux. L'épaisseur d'une couche peut être mesurée si elle est transparente, d'indice connu et différent de celui du substrat. A l'inverse, si l'épaisseur de la couche est connue, l'indice d'un matériau peut être déterminé. Il est possible de mesurer les différentes épaisseurs des matériaux constituant une multicouche, si leurs indices sont bien distincts.

Nous n'avons pas eu de problème pour mesurer l'épaisseur de l'YSZ car les indices des matériaux ZrO_2 et d' Y_2O_3 étaient connus. Pour ce type de mesure, l'utilisation du silicium est favorable, car son indice est très différent de ceux des oxydes étudiés. Le spectre ellipsométrique d'une simple couche d'YSZ déposée sur Si a été exploité en utilisant une loi de mélange (Bruggemann) des indices de ZrO_2 et Y_2O_3 , qui avait été mesurés par ce même service auparavant. Le résultat de la régression, représenté sur la figure 2-25, montre que l'accord entre les points expérimentaux et le modèle est satisfaisant. Nous avons déduit une épaisseur de 41,5 nm et une concentration volumique égale à 5 % d' Y_2O_3 dans ZrO_2 .

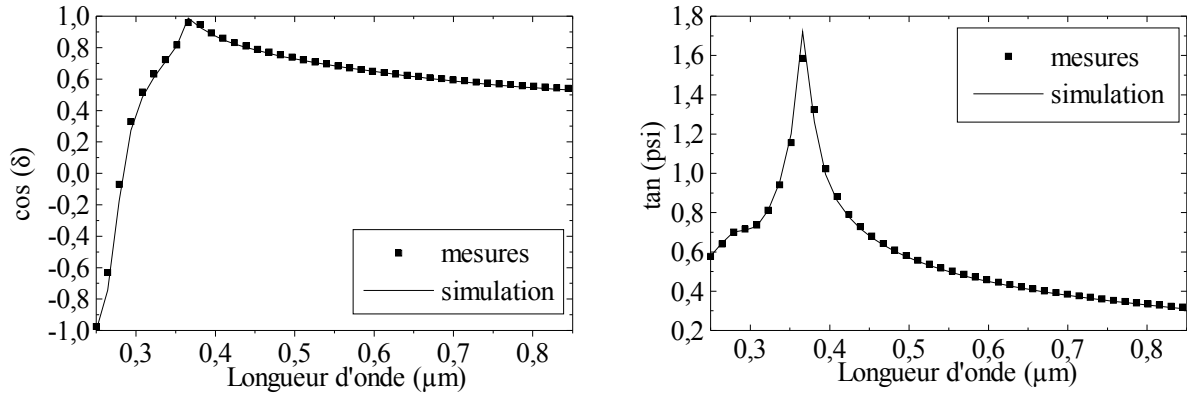


figure 2-25: Résultat de la régression réalisée sur les paramètres $\cos(\delta)$ et $\tan(\psi)$ servant à la détermination des épaisseurs en ellipsométrie.

A ce stade de l'étude, la mesure de l'épaisseur de CeO_2 par ellipsométrie n'était pas encore possible car, à notre connaissance, l'indice de CeO_2 n'est pas publié dans la littérature. Nous avons alors eu recours à la méthode de mesure par réflectométrie de rayons X, récemment développée dans le Service de Caractérisation Physique des Matériaux.

b) Mesures des épaisseurs d'YSZ et de CeO_2 par réflectométrie de rayons X.

Les mesures par réflectométrie de rayons X ont été réalisées par Michel BURNIN du Service de Caractérisation Physique des Matériaux du LETI-DOPT.

La figure 2-26 représente la réflectivité de rayons X mesurée sur la même couche d'YSZ que celle étudiée par ellipsométrie de façon à vérifier la cohérence des deux méthodes de mesures. La méthode consiste à étudier la variation de l'intensité d'un faisceau de rayons X réfléchi à la surface d'un échantillon en fonction de l'angle d'attaque [110, 111]. On parle de rayons X rasants car cet angle 2θ est compris entre $0,1^\circ$ et 3° . En dessous d'un certain angle d'incidence θ_c , le rayonnement incident est totalement réfléchi. Sur la figure 2-26, la réflectivité vaut un jusqu'à $0,25^\circ$. Au dessus de θ_c , une fraction du faisceau incident traverse la couche et est partiellement réfléchi à la surface du substrat. L'intensité réfléchi présente des oscillations qui résultent d'interférences entre les différents dioptries: air-couche et couche-substrat, et qui permettent de déduire l'épaisseur de la couche par simulation (REFSIM de Siemens). L'épaisseur d'YSZ est évaluée à 40 nm. Cette valeur est très proche de celle mesurée par ellipsométrie.

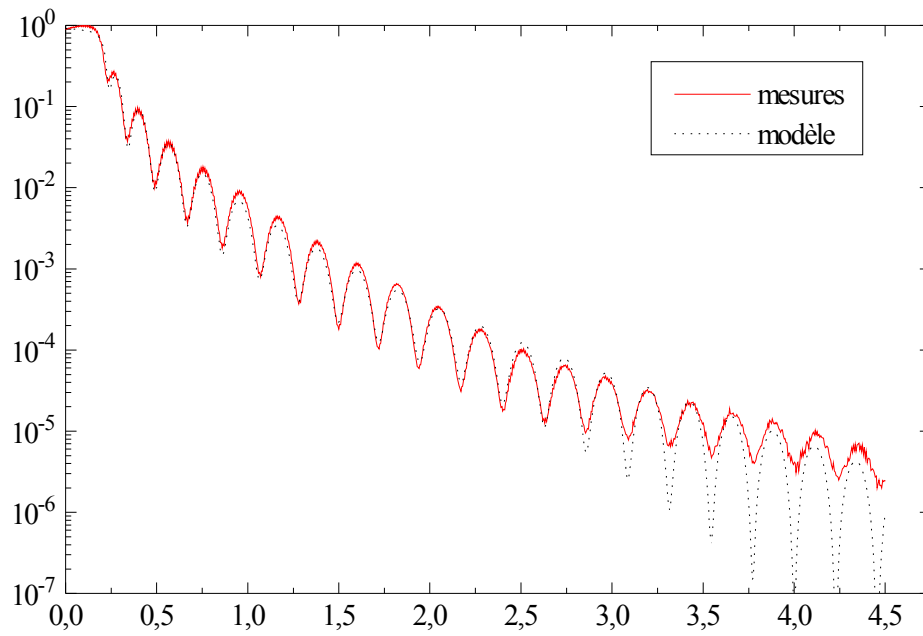


figure 2-26: Mesures et simulation de la réflectivité mesurée sur une simple couche d'YSZ sur silicium.

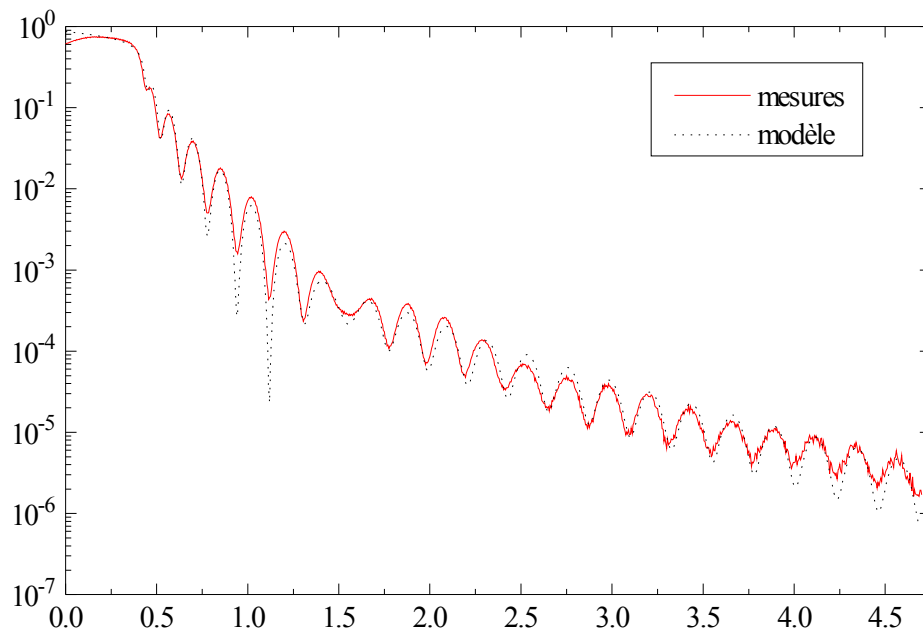


figure 2-27: Mesures et simulation de la réflectivité mesurée sur une bi-couche CeO_2 / YSZ sur silicium.

Nous avons poursuivi l'étude en enregistrant la réflectivité de rayons X d'une bi-couche CeO₂ / YSZ déposée sur silicium. Dans le cas de multicouches, on doit observer plusieurs périodes qui correspondent à l'épaisseur de chaque couche [112]. Sur la figure 2-27, nous observons effectivement un battement. Les épaisseurs d'YSZ et de CeO₂ sont alors estimées à 38,2 nm et 5,5 nm. La simulation est encore meilleure si une fine couche de SiO₂ de 3,5 nm est introduite entre Si et YSZ, confirmant ainsi les résultats de TEM.

La décroissance de l'enveloppe des oscillations et de leur amplitude en fonction de l'angle renseignent sur la rugosité des couches et des interfaces [113]. Les figure 2-26 et figure 2-27 montrent de nombreuses oscillations, qui nous indiquent que les couches et les interfaces sont peu rugueuses. Cependant, ce sujet est encore très discuté parmi les spécialistes et nous resterons sur des considérations qualitatives.

c) Détermination de l'indice de CeO₂ par ellipsométrie spectroscopique.

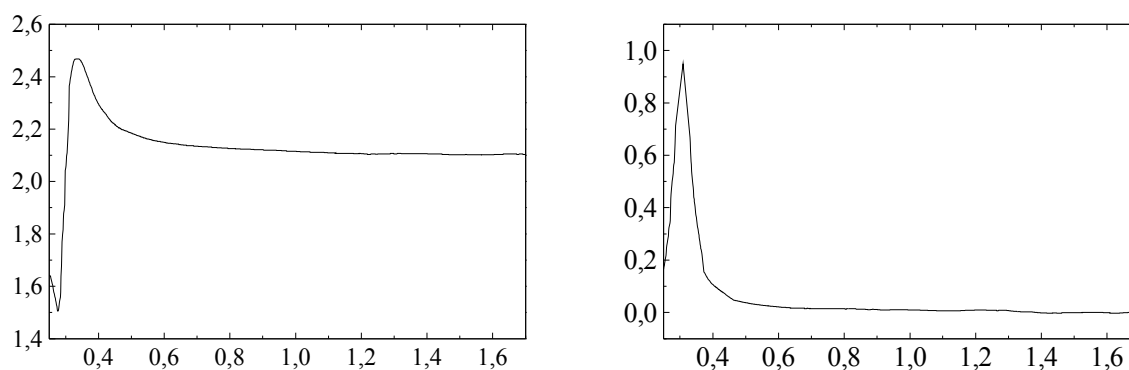


figure 2-28: Loi d'indice du CeO₂ déduite des mesures en ellipsométrie spectroscopique.

Connaissant les épaisseurs des deux matériaux constituant la bi-couche, nous avons mesuré son spectre ellipsométrique. La régression permet alors de déduire les indices. L'indice du CeO₂, représenté sur la figure 2-28, a pu être modélisé par une loi d'oscillateur:

$$N = \sqrt{\epsilon_{\infty} - \frac{A}{E^2 - B^2 - 2jGE}} \quad (2-3)$$

avec $\epsilon_{\infty} = 3,261$; $A = 10,353$; $B = 4,007$; $G = 0,3261$.

d) Validation de la technique de mesure d'épaisseur.

Finalement, nous cherchons à valider la technique précédente en comparant des mesures d'épaisseurs d'YSZ et de CeO_2 en ellipsométrie et en rayons X rasants avec des mesures en TEM. Cette étude est en cours.

V -Techniques de fabrication des structures suspendues par micro-usinage du substrat de silicium en face avant.

1 - Introduction.

La technologie des microsystèmes vise l'intégration monolithique ou hybride des fonctions de capteurs, d'actionneurs et de traitement du signal [114]. Les premières réalisations sur silicium arrivent au stade industriel. Dans la mesure où les films d'YBaCuO sont déposés sur silicium, nous bénéficions de toute l'expérience de micro-usinage acquises sur ces substrats [115, 116]. Nous devons cependant modifier ces techniques de façon à les rendre compatibles avec la technologie de l'YBaCuO.

Nous avons étudié trois techniques de fabrication de structures suspendues par micro-usinage du substrat de silicium par la face avant. La gravure en face avant nous a semblé plus facile, car elle ne nécessite pas de dépôts sur les deux faces du substrat, ni d'alignement à travers le substrat. Elle est également plus intéressante, car elle permet de définir des membranes localement et de façon beaucoup plus précise.

- La gravure par KOH:

Nous avons naturellement commencé par ce procédé, qui est le plus utilisé dans la littérature. La méthode nécessite deux étapes de photolithographie et deux étapes de dépôt distinctes. Nous expliquerons comment l'anisotropie de la gravure par KOH intervient pour suspendre les lignes. Après la description chronologique des étapes de fabrication, nous exposerons les problèmes rencontrés, et non entièrement résolus, dans le choix d'un matériau de protection efficace. Nous n'avons donc pas fabriqué de bolomètres suspendus YBaCuO par cette méthode.

- La gravure par GIR (Gravure Ionique Réactive):

Cette technique a été décrite par le groupe de Barth [58] lors de la conférence Applied Superconductivity en Août 1994 (ASC'94). Nous l'avons alors rapidement appliqué à nos échantillons. Elle ne nécessite qu'une seule étape de dépôt et de photolithographie. La protection de l'YBaCuO pendant la gravure du silicium est réalisée par la résine qui sert à la lithographie. Nous avons fabriqué un grand nombre d'échantillons par ce procédé, ce qui a permis une étude en fonction des dimensions et finalement la réalisation d'un détecteur optimisé, présentant de bonnes caractéristiques.

- Utilisation de substrats SIMOX:

Initialement, les substrats SIMOX (Separated by IMplanted OXygen) ont été étudiés pour des applications militaires et spatiales. Leurs caractéristiques étant très intéressantes pour la microélectronique et la réalisation de capteurs, ils sont aujourd'hui en plein essor. Nous avons développé un procédé de fabrication de bolomètres suspendus YBaCuO basé sur l'utilisation de ce type de substrat. La technique dégrade très peu l'YBaCuO qui est déposé sur un substrat de silicium déjà suspendu et ne subit ainsi aucune étape technologique. Les premiers ponts suspendus fabriqués ainsi ont montré des performances très prometteuses en détection, mais par manque de temps, nous n'avons pas pu étudier de façon systématique autant de détecteurs que par la méthode GIR.

2 - Gravure par KOH.

a) Gravure anisotrope du silicium par KOH.

Il est admis depuis longtemps que l'ensemble des solutions alcalines (organiques, minérales, ou mixtes) sont susceptibles de graver le silicium [117, 118]: EDP (Ethylenediamine), KOH, TMAH, NaOH, LiOH. Les solutions à base de KOH sont les plus utilisées. Notre dispositif expérimental est représenté sur la figure 2-29. La solution KOH est composée de 440 g de pastilles de KOH, d'un litre d'eau déionisée et de 88 ml d'alcool isopropylique. Le bain est maintenu à 80 °C.

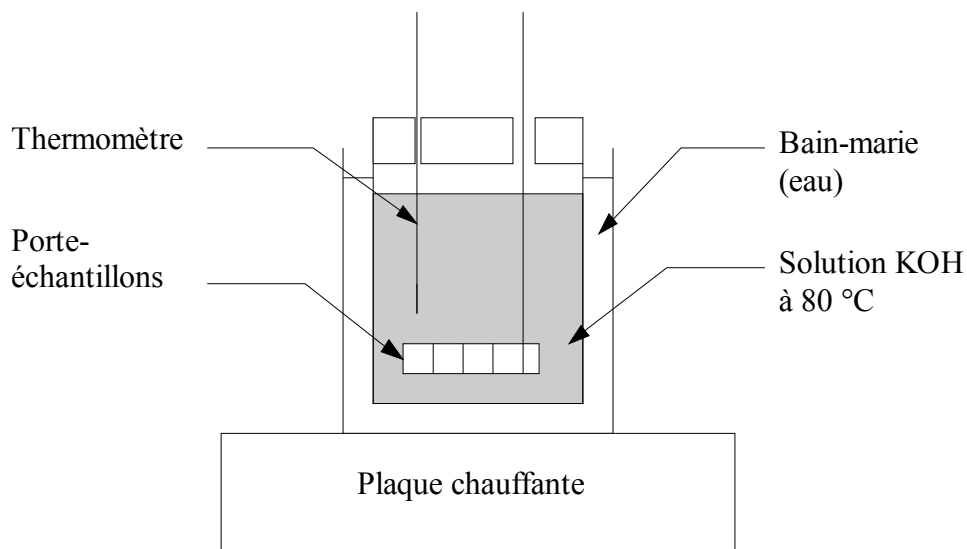


figure 2-29: Dispositif expérimental utilisé pour la gravure KOH.

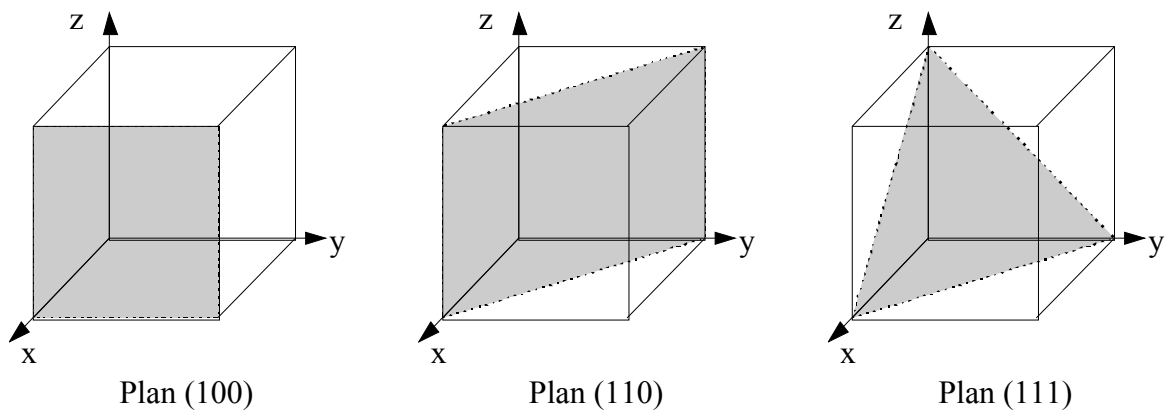


figure 2-30: Principaux plans cristallographiques de la structure cubique du silicium.

Nous rappelons que le silicium possède une structure cubique. Les principaux plans que nous considérerons dans cette étude sont représentés sur la figure 2-30. La gravure du silicium monocristallin par KOH présente les caractéristiques suivantes:

- la gravure est anisotrope: La figure 2-31 extraite de la référence [119] montre clairement que les vitesses de gravure latérales du silicium sont différentes pour chaque plan cristallographique. Cette différence est parfois énorme, puisque pour un substrat (001), la vitesse est pratiquement nulle dans la direction [110], correspondant à la projection des plans (111), et vaut $1 \mu\text{m} / \text{min}$ dans la direction tournée de 15° par rapport à [100].
- la vitesse de gravure de certains matériaux est proche de zéro: SiO_2 , Si_3N_4 , des matériaux métalliques (Al, Au, Cr, Cu, Ti, ...) et certains produits organiques (PI, SOG, PPQ). Tous ces matériaux peuvent donc être utilisés comme masque de gravure.
- la vitesse de gravure dépend du dopage du silicium.

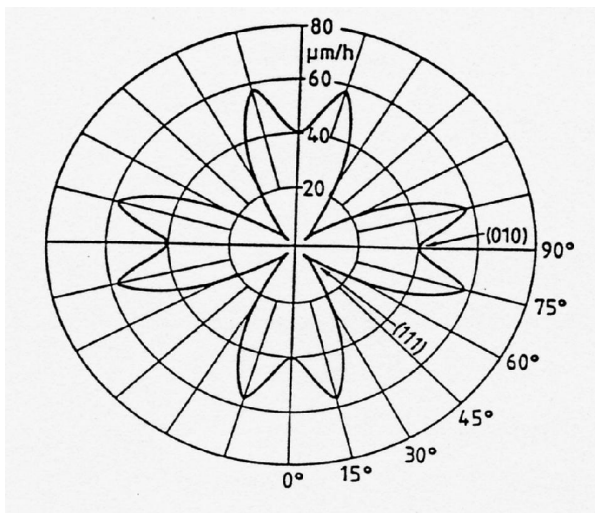


figure 2-31: Vitesses de gravure latérale en fonction de la direction dans le plan mesurées sur un substrat de silicium (001) [119].

Etude préliminaire sur des substrats de silicium recouverts d'une couche de Si_3N_4 :

Dans un premier temps, nous avons étudié les profils de gravure du silicium en fonction de l'orientation d'une fente dans la couche de Si_3N_4 par rapport à $[110]$. Sur une plaquette de silicium (001), il existe un méplat perpendiculaire à la direction $[110]$ (Annexe E). La direction $[110]$ étant la direction de clivage, les bords des morceaux de substrats que nous utilisons sont toujours alignés avec la direction $[110]$ (ou perpendiculaires puisque le matériau est cubique), qu'il soient clivés ou découpés à la scie.

1^{er} cas: la fente réalisée dans la couche de Si_3N_4 est alignée par rapport à $[110]$.

La vitesse de gravure est pratiquement nulle dans la direction $[110]$. En pratique, la gravure s'arrête donc sur les plans (111) et le silicium n'est pas gravé latéralement (figure 2-32). On ne peut pas suspendre des structures en procédant ainsi.

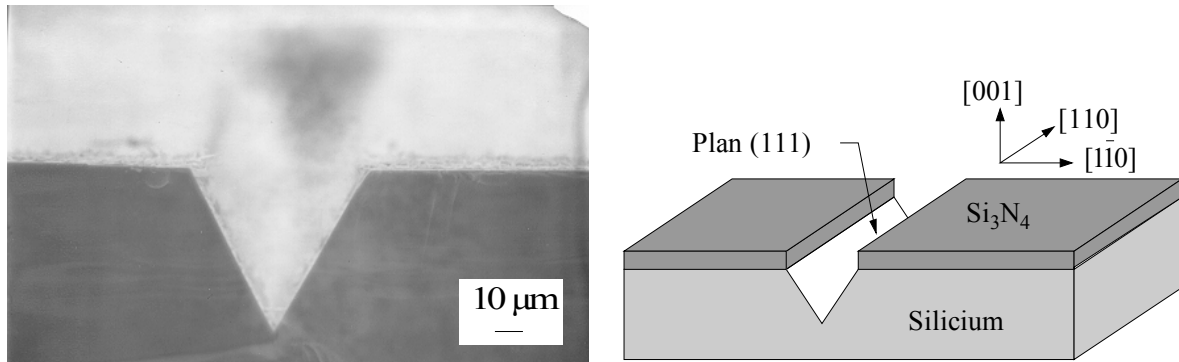


figure 2-32: Profil de gravure du silicium lorsque la fente est alignée par rapport à $[110]$.

2^{ème} cas: la fente réalisée dans la couche de Si_3N_4 est tournée d'un angle quelconque α par rapport à $[110]$.

Cette fois, la figure 2-33 montre que le silicium a été gravé latéralement, laissant la couche de Si_3N_4 suspendue. Les plans cristallographiques ont été gravés à des vitesses différentes, ce qui fait apparaître deux pentes.

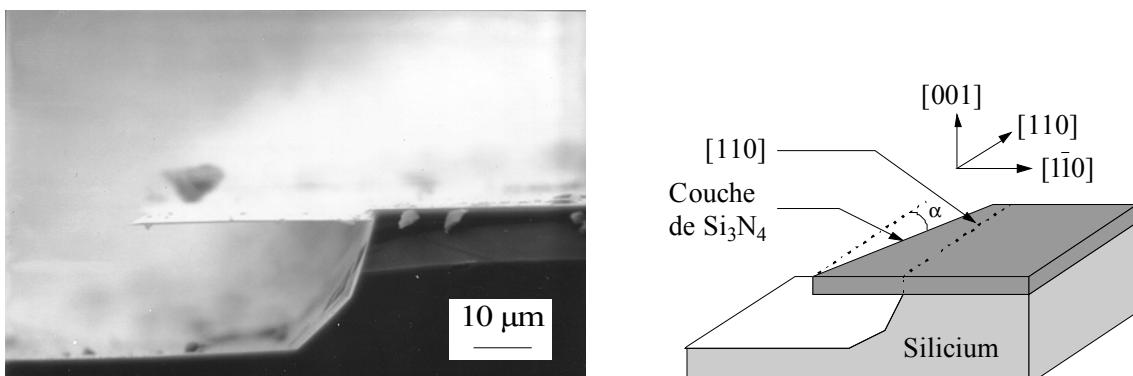


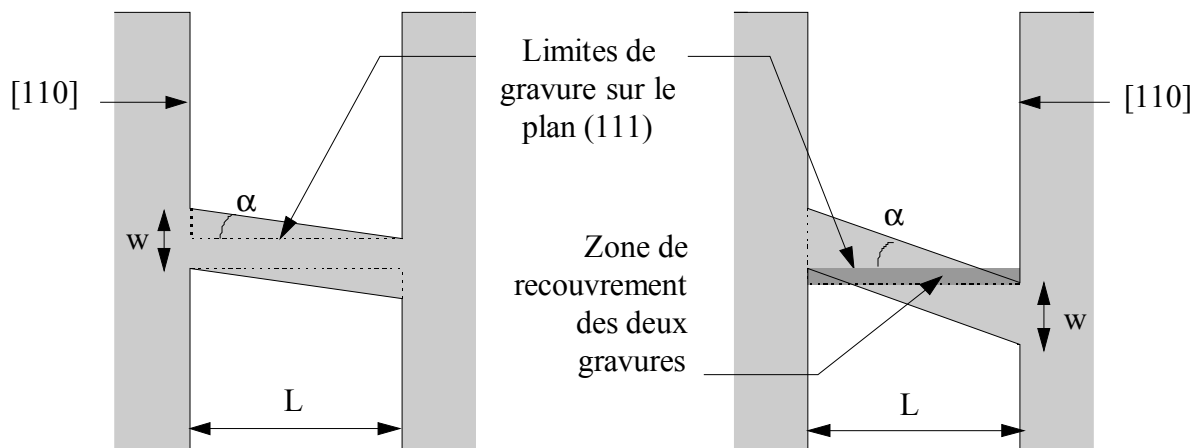
figure 2-33: Profil de gravure du silicium lorsque la fente est tournée d'un angle α quelconque par rapport à $[110]$.

Fabrication d'un pont suspendu:

L'étude précédente a montré qu'il est nécessaire de désorienter les fentes par rapport à [110] pour graver le silicium latéralement. Pour obtenir un pont suspendu, il faut également respecter la règle géométrique suivante [120]:

$$\alpha > \tan^{-1}\left(\frac{w}{L}\right) \quad (2-4)$$

où α est l'angle de désorientation du pont par rapport à [110], w est la largeur du pont et L est longueur du pont multipliée par $\cos(\alpha)$. Les gravures commencent de chaque côté du pont et s'arrêtent sur les plans (111). Si l'angle α est trop petit, les deux plans ne se rejoignent pas et la ligne ne peut pas être suspendue (figure 2-34-a). Si l'angle α est assez grand pour que le plan (111) marquant l'arrêt de gravure d'un des côtés traverse la largeur de la ligne, le pont devient suspendu (figure 2-34-b).



a) l'angle de désorientation α est trop faible. Les deux gravures ne se rejoignent pas et le pont ne peut pas être suspendu.

b) l'angle de désorientation α est assez grand pour que les deux gravures se rejoignent. Le pont est suspendu.

figure 2-34: Influence de l'angle de désorientation α par rapport à la direction [110] pour la fabrication des ponts suspendus sur silicium (001).

b) Etapes technologiques de fabrication.

La séquence de fabrication des structures suspendues YBaCuO par gravure KOH est décrite à la figure 2-35. Après le dépôt des trois couches et des plots de contacts à travers un masque mécanique, nous définissons les motifs des bolomètres par photolithographie, puis nous gravons l'échantillon par bombardement ionique. La gravure doit s'arrêter dans la couche d'YSZ (figure 2-35-b). Après avoir retiré la résine avec de l'acétone, nous déposons une nouvelle couche qui servira à protéger l'YBaCuO pendant la gravure KOH. Par une nouvelle

photolithographie, alignée à la première, et une gravure ionique jusqu'au silicium (figure 2-35-c et d), nous définissons des ouvertures dans la couche supérieure. L'échantillon est ensuite plongé dans la solution de KOH, et le silicium est gravé en profondeur et latéralement selon le procédé que nous avons expliqué ci-dessus, laissant les structures suspendues (figure 2-35-e). Pendant cette dernière étape, l'YBaCuO est protégé au dessus et sur les côtés par la couche de protection, et au-dessous par les couches tampons.

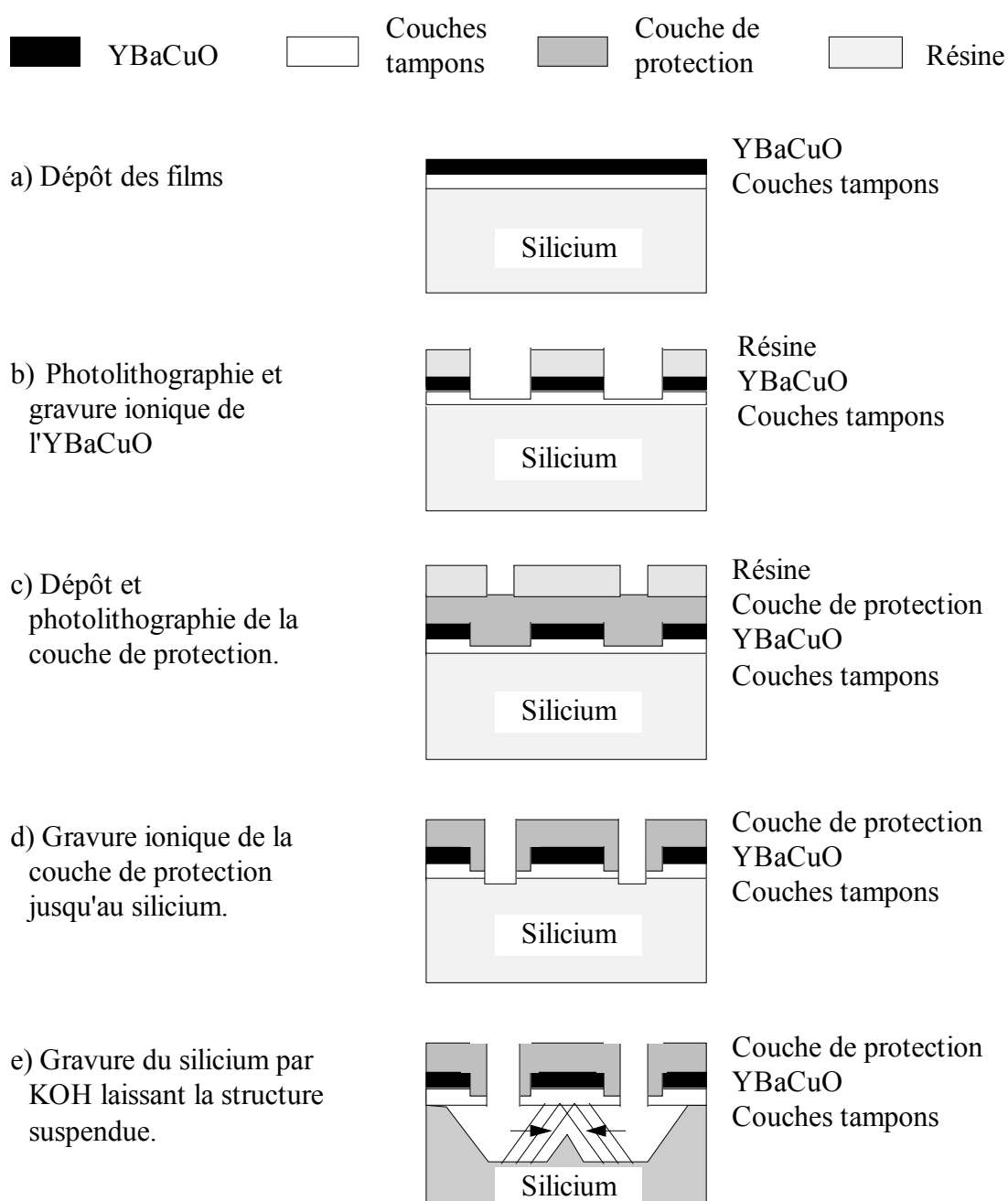


figure 2-35: Séquence de fabrication des structures suspendues par gravure KOH.

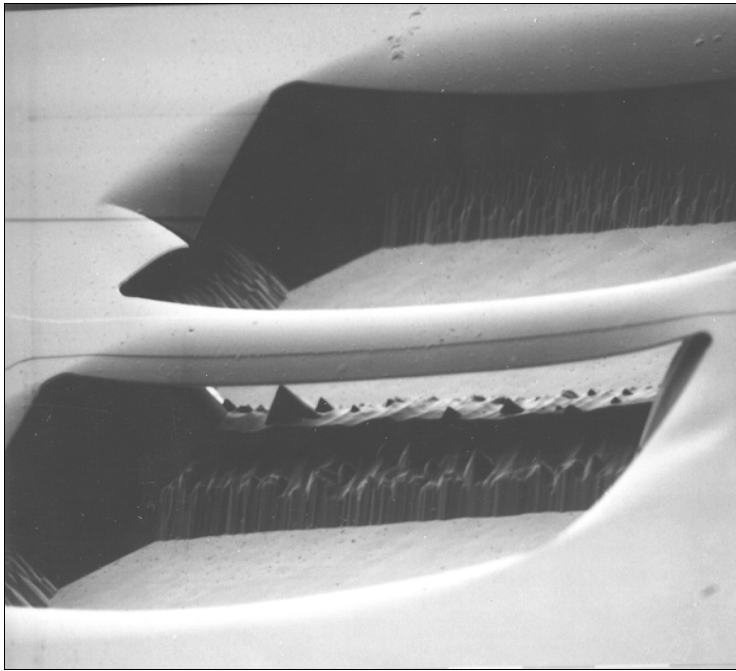


figure 2-36: Photographie MEB d'un pont fabriqué par gravure KOH. On distingue la ligne d'YBaCuO en relief.

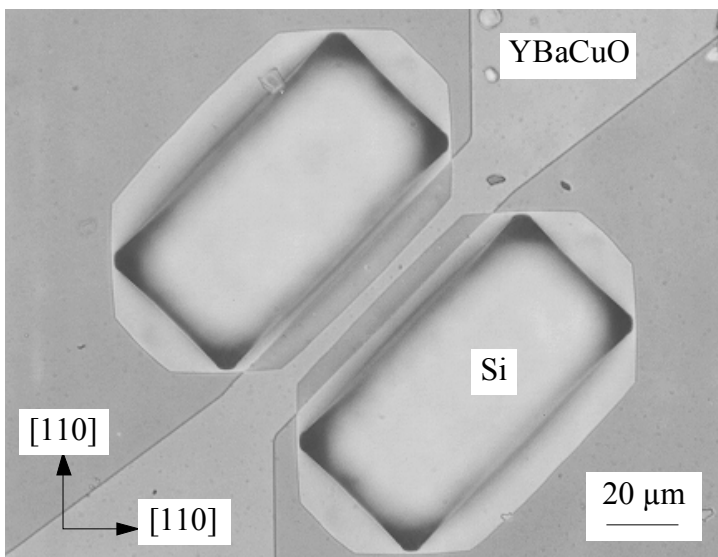


figure 2-37: La gravure n'a pas duré assez longtemps pour suspendre complètement le pont de largeur 20 μm et de longueur 100 μm .

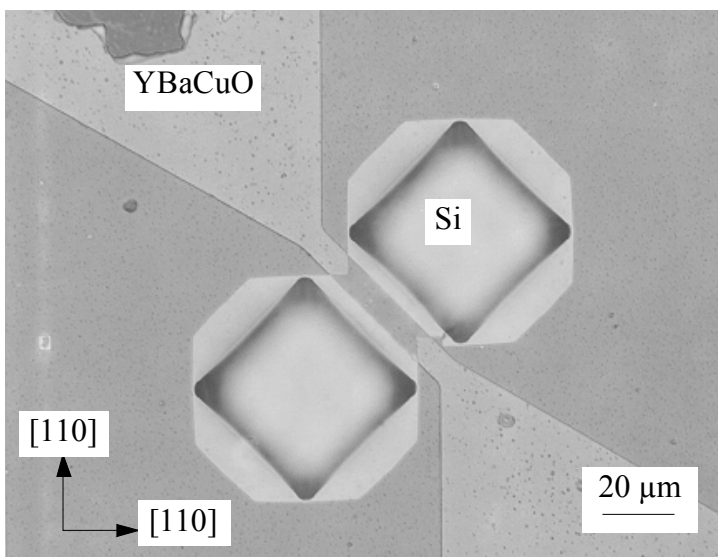


figure 2-38: Après un temps suffisant, les deux gravures latérales se sont rejointes, laissant le pont suspendu (largeur 8 μm , longueur 60 μm).

c) *Réalisations.*

La photographie MEB de la figure 2-36 montre un pont suspendu réalisé selon la séquence de fabrication décrite en figure 2-35. Sur la membrane d'YSZ suspendue, nous distinguons la ligne d'YBaCuO en relief, de largeur 8 μm et de longueur 100 μm , réalisée lors de la première lithographie. Cependant, il faut remarquer que le poids de l'empilement apparaît trop important: le pont semble s'affaisser et les couches sont déchirées à l'endroit signalé par la flèche. Cet échantillon n'a pas été testé électriquement pour deux raisons. La première raison est la plus importante et sera développée au paragraphe suivant: la couche de protection n'a pas été efficace sur l'ensemble de l'échantillon. De plus, en fin de procédé, l'échantillon est entièrement recouvert par la couche de protection isolante, qu'il faut retirer au dessus des plots de contact. Nous pensons qu'il est possible de dégager ces plots par gravure ionique et masquage mécanique (puisque sur les structures suspendues, toute lithographie est maintenant interdite).

Les figure 2-37 et figure 2-38 sont des photographies au microscope optique de la structure de la figure 2-36. Elles illustrent le principe de gravure que nous avons décrit précédemment. Les lignes sont désorientées de 45 ° par rapport à [110] et la vitesse de gravure est d'environ 1 μm / min. Dans le premier cas, la gravure n'a pas été assez longue et le pont n'est pas suspendu. Dans le second cas, les gravures latérales se sont rejointes pour suspendre le pont. Nous pouvons observer que la gravure s'est bien arrêtée sur les plans (111), soit le long des directions [110] dans le plan.

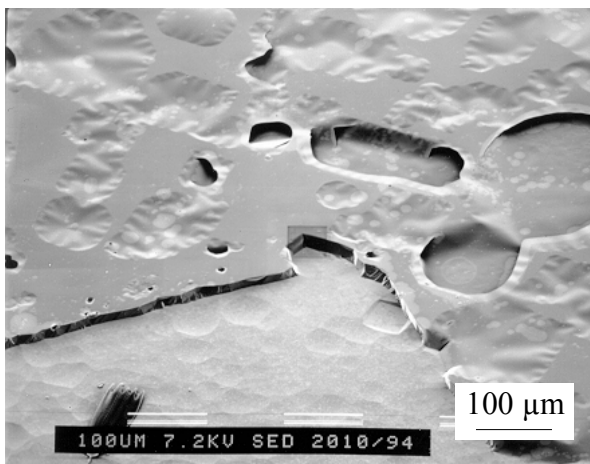
d) *Le problème: choix d'une couche de protection efficace.*

Le principal problème que nous avons rencontré lors du développement de ce procédé est le choix de la couche de protection supérieure. Le matériau Si_3N_4 que nous avons utilisé lors de l'étude préliminaire est très efficace vis à vis de la gravure KOH, car très peu gravé par cette solution, mais il est déposé à 300 °C sous vide. Ces conditions sont inacceptables pour l'YBaCuO qui perd alors toutes ses propriétés supraconductrices, principalement par désoxygénation. Nous avons alors essayé deux autres matériaux disponibles au laboratoire: YSZ et SiO_2 .

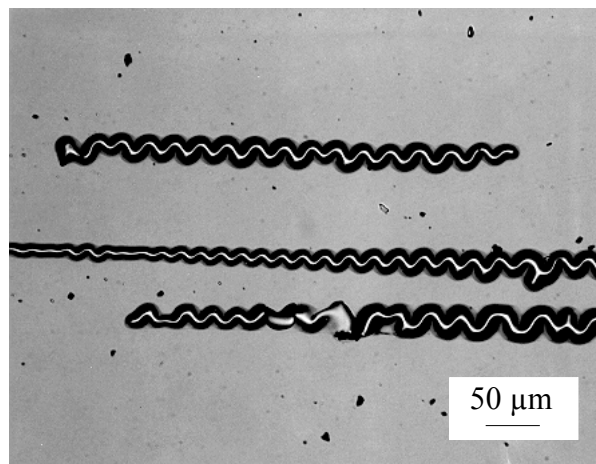
Dans un premier temps, nous avons déposé des couches d'YSZ par ablation laser, à température ambiante et sous oxygène, sur les films d'YBaCuO gravés. La figure 2-39-a montre l'exemple d'une couche trop fine (130 nm) qui a été percée pendant la gravure KOH. Une couche plus épaisse (390 nm) a présenté des compressions en sortie de dépôt (figure 2-39-b). Une couche d'épaisseur intermédiaire a cloqué pendant la gravure et n'a pas été efficace (figure 2-39-c). Nous avons alors déposé l'YSZ à plus haute température (250 °C). Mais les

couches étaient extrêmement fragiles et ne supportaient pas l'étape de photolithographie. La solution qui a donné le meilleur résultat est celle utilisée lors de la fabrication de la structure de la figure 2-36. La moitié de la couche d'YSZ avait été déposée à 60 °C et la seconde à 250 °C.

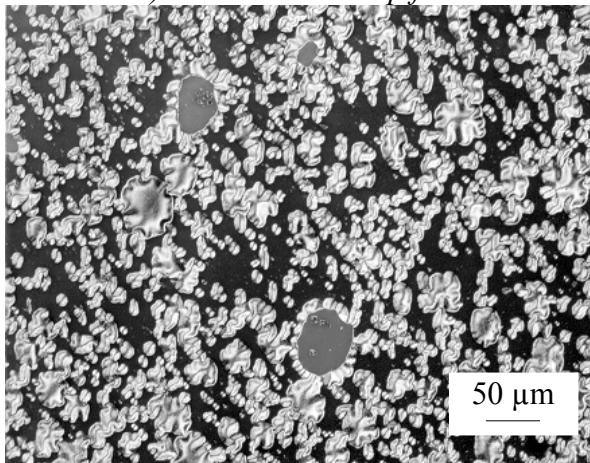
La photographie de la figure 2-39-d montre une couche de SiO₂ déposée à la température ambiante sur silicium après gravure dans la solution de KOH. Les nombreux carrés observés sont la preuve de la porosité de la couche. En effet, chaque trou dans la couche laisse passer le KOH qui grave le silicium selon ses plans cristallographiques, et laisse apparaître des carrés dont les bords sont alignés avec [110].



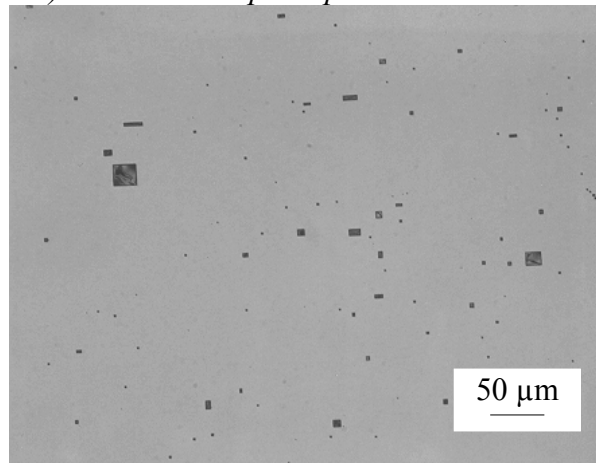
a) couche d'YSZ trop fine



b) couche d'YSZ plus épaisse et contrainte



c) couche d'YSZ qui a cloquée après passage dans la solution KOH: problème d'adhérence



d) couche de SiO₂ poreuse; chaque trou est révélé par un carré

figure 2-39: Illustration des problèmes rencontrés lors du choix d'une couche de protection efficace vis à vis de la gravure KOH.

En conclusion, cette technique de gravure par KOH ne nous a pas permis de fabriquer des bolomètres YBaCuO suspendus. Les deux problèmes (couche de protection et dégagement des plots de contact) ont été étudiés et seulement partiellement résolus par manque de temps.

3 - Gravure Ionique Réactive (GIR).

a) Le profil de gravure.

La gravure ionique réactive du silicium est réalisée en atmosphère de gaz SF_6 . Les molécules de gaz SF_6 se transforment en ion F^+ à leur arrivée sur l'échantillon et réagissent avec le silicium pour former des espèces volatiles. La figure 2-40 montre le profil de gravure obtenu dans le silicium. La gravure a une nature isotrope et se produit donc en profondeur et latéralement.

Les paramètres de gravure sont choisis de façon à privilégier la gravure chimique par rapport au bombardement ionique, c'est à dire une pression de gaz SF_6 assez élevée et une puissance de plasma faible. Cependant, ces conditions n'ont pas fait l'objet d'une étude systématique:

- puissance de plasma RF = 30 W.
- débit d'entrée de gaz SF_6 = 40 sccm.
- pression dynamique pendant la gravure = 1,5 Pa.

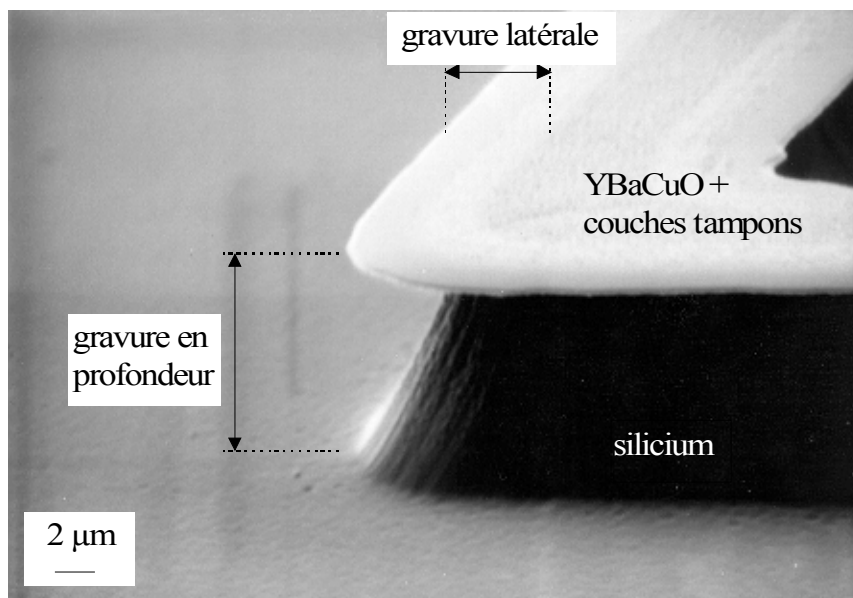


figure 2-40: Photographie au MEB du profil de gravure par GIR.

La vitesse de gravure latérale du silicium est de l'ordre de $0,5 \mu\text{m} / \text{min}$, la vitesse de gravure en profondeur vaut le double. Cette vitesse est restée constante tout au long de l'étude. Cela est appréciable dans la mesure où le temps de gravure nécessaire pour suspendre une structure est déterminé uniquement à partir de cet étalonnage et en fonction des dimensions du motif.

b) Etapes technologiques de fabrication.

La séquence de fabrication des structures suspendues par Gravure Ionique Réactive est décrite à la figure 2-41. Après le dépôt des trois couches et des plots de contact à travers un masque mécanique, nous définissons les motifs des bolomètres par photolithographie, puis nous gravons l'échantillon par bombardement ionique jusqu'au silicium (figure 2-41-b). L'échantillon, toujours recouvert du même masque de résine, est ensuite introduit dans la chambre de gravure GIR, où le silicium est gravé en profondeur et latéralement. Puisque l'YSZ n'est absolument pas gravé par ce procédé, la gravure progresse sous l'empilement des deux côtés du motif. Après un temps suffisant, les deux gravures se rejoignent et laissent la structure suspendue figure 2-41-c.

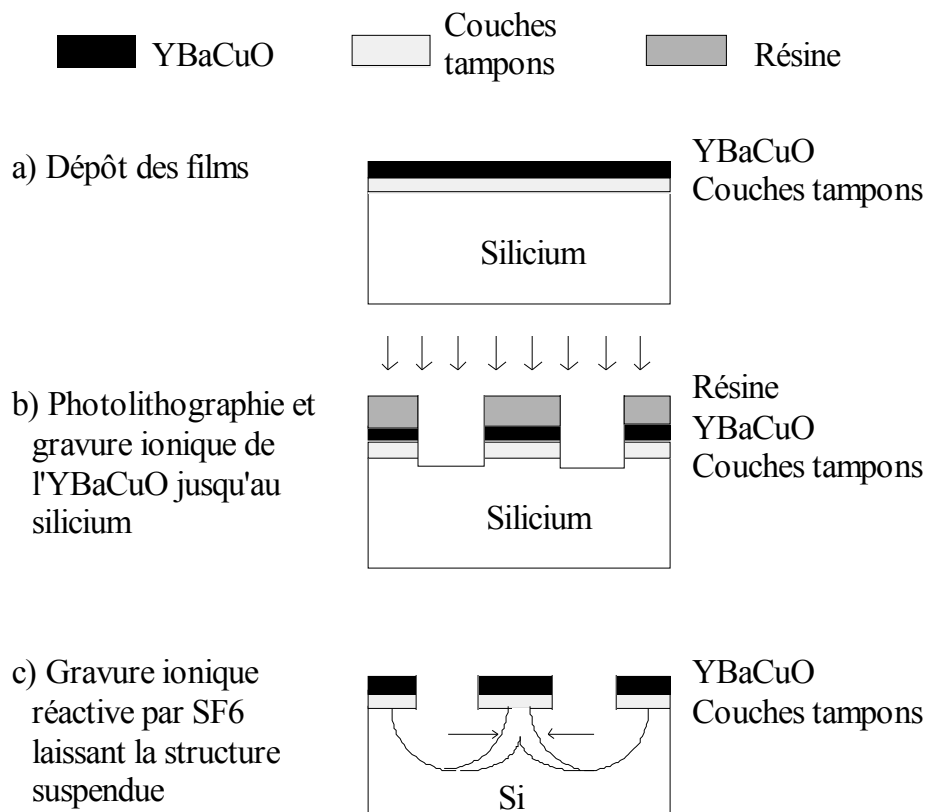


figure 2-41: Séquence de fabrication des structures suspendues par Gravure Ionique Réactive.

c) Retrait de la résine.

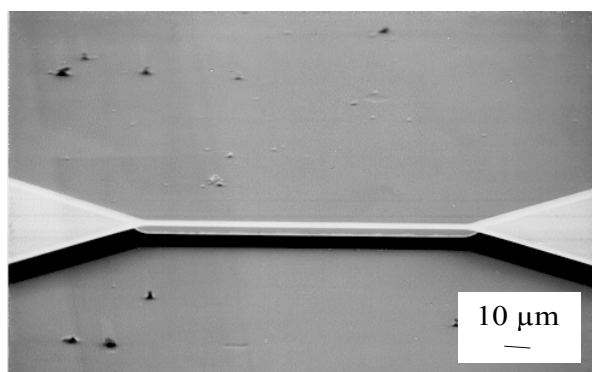
La dernière étape est le retrait de la résine. Habituellement, la résine est dissoute avec de l'acétone. Nous évitons de procéder ainsi pour deux raisons:

- l'échantillon que nous manipulons maintenant comprend les motifs suspendus. La traversée de la surface d'un liquide casse inévitablement quelques ponts suspendus. On perd ainsi l'avantage de la gravure sèche par GIR.
- la résine que nous devons enlever a subi une gravure ionique et une gravure GIR. Elle s'est donc transformée. Avec l'acétone, les flancs de résine situés au bord des motifs ne sont pas retirés et il reste alors une sorte de film de résine très fin qui se replie sur les motifs. La plupart du temps, cela est fatal aux structures suspendues qui doivent supporter un poids supplémentaire et des contraintes différentes lors de la descente à froid.

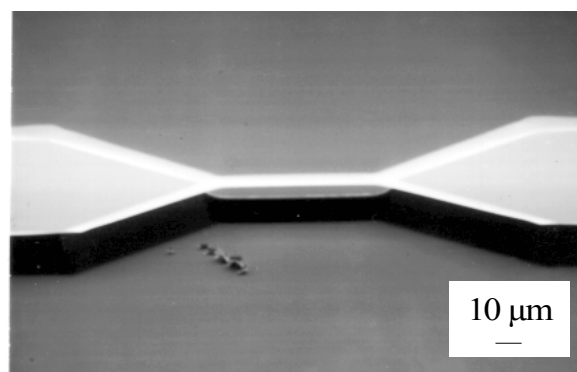
Nous retirons la résine par plasma d'oxygène. Le problème précédent est résolu puisque c'est un procédé sec. Cependant, il faut prendre garde à ne pas endommager le film d'YBaCuO. Pour cela, nous utilisons un plasma de faible puissance (150 W) et dans une pression d'oxygène assez élevée (de l'ordre de 120 Pa). Le temps de gravure dépend du temps de gravure GIR. Il est préférable de le fractionner de façon à ne pas échauffer l'échantillon.

d) Quelques réalisations.

Nous ne détaillons pas ici les dimensions des structures. Cela fait l'objet de l'optimisation des détecteurs au chapitre 3, où d'autres photos représentant les méandres optimisés sont également montrées. Quelques exemples de structures suspendues réalisées (ponts ou méandres) sont montrés sur la figure 2-42 et la figure 2-43. La largeur de piste varie de 4 à 10 μm , et la longueur de 50 à 200 μm .

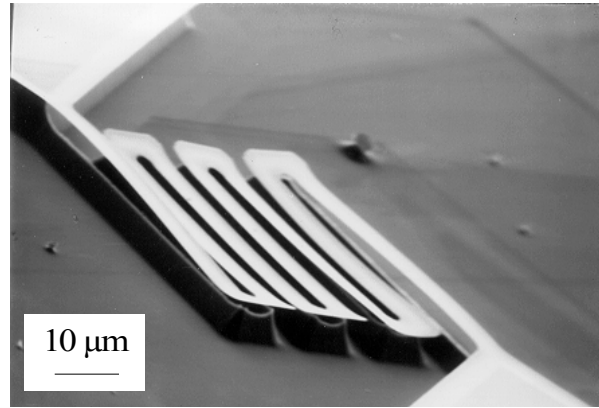
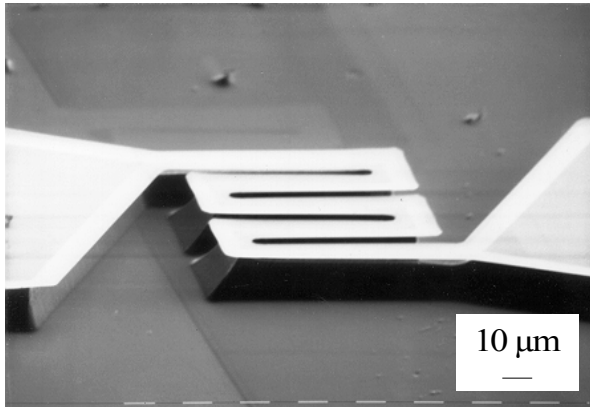


a) Pont 4 μm \times 100 μm



b) Pont 10 μm \times 50 μm

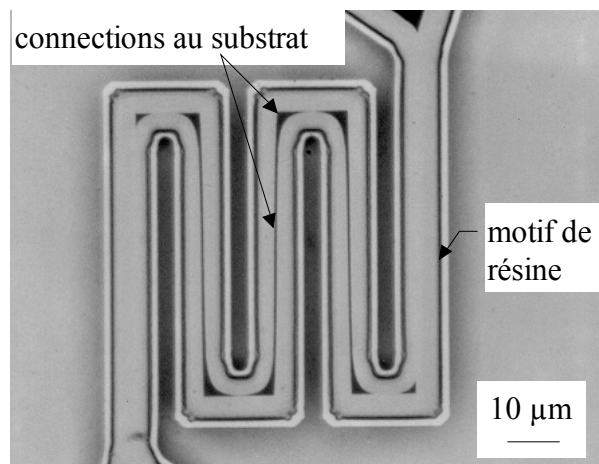
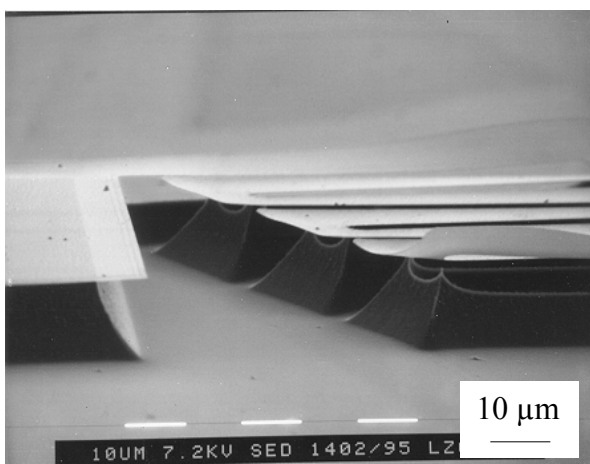
figure 2-42: Deux exemples de ponts suspendus réalisés (photographies au MEB).



a) Méandre à 5 brins (largeur de piste 10 µm) b) Méandre à 7 brins (largeur de piste 4 µm)
 figure 2-43: Deux exemples de méandres suspendus réalisés (photographies au MEB)

e) Vitesse de gravure en fonction du voisinage.

La vitesse de gravure peut être gênée par son voisinage. Comme le montre les photographies de la figure 2-44, la gravure du silicium est plus lente entre les lignes des méandres qu'à l'extérieur. Cette caractéristique n'avait pas été prise en compte lors de la réalisation du premier masque BOLO1. Cela nous a gêné dans la fabrication des méandres. En effet, les lignes extérieures étant gravées plus vite, elles se trouvaient suspendues avant les lignes intérieures. Il fallait donc prolonger la gravure pour suspendre l'ensemble. Mais de cette façon, on ne peut jamais obtenir un méandre gravé de façon uniforme. Ce problème a été résolu dans le second masque BOLO2 en dessinant une géométrie de méandres où toutes les pistes sont entourées du même voisinage (figure 3-42 et 3-44).



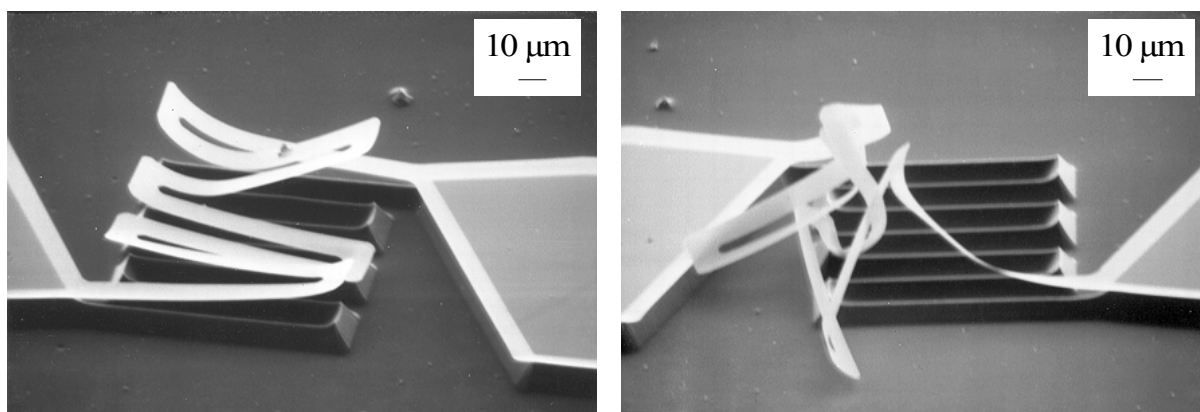
a) Photographie au MEB

b) Photographie au microscope optique

figure 2-44: Illustration de la différence de vitesse de gravure entre les lignes d'un méandre et à l'extérieur

f) Limitations de la technique.

Les couches que nous avons déposées sur le silicium sont fortement contraintes à cause de leur différence de coefficient de dilatation avec le substrat. Lorsque nous retirons le substrat, les contraintes imposées par le silicium se relâchent. Sur le silicium, les couches sont tendues. Elles ont donc tendance à se relever dès qu'elles sont suspendues (figure 2-45). Ce problème impose la fabrication de méandres connectés au substrat à chaque extrémité des brins. Le méandre de la figure 2-43-b était cependant entièrement suspendu et a montré une bonne transition supraconductrice. La largeur des pistes étaient alors de $10\text{ }\mu\text{m}$, et le poids de l'ensemble peut expliquer qu'il ne se relève pas trop. Les méandres de la figure 2-45 ont des pistes de largeur $8\text{ }\mu\text{m}$. Nous n'avons pas mesuré le $R(T)$ du méandre de la figure 2-45-b, car ce motif semble peu reproductible et peu adapté à la photodétection.



a) Méandres entièrement suspendu

b) Cas exceptionnel et non reproductible

figure 2-45: Illustration de la révélation des contraintes existant dans la multicouche lorsque le substrat est complètement retiré.

La principale limitation de la technique est la largeur maximale de gravure. En effet, pendant que le silicium est gravé par SF_6 pour suspendre les ponts, la couche de résine diminue également en épaisseur et aussi en largeur. La figure 2-46 illustre la situation où toute la résine a été gravée sur le pont. Dans ce cas, l' YBaCuO a perdu ses propriétés supraconductrices et est même devenu isolant. Pour graver une largeur plus grande, il faudrait déposer plus de résine lors de la première lithographie. Nous déposons déjà une épaisseur de $2,4\text{ }\mu\text{m}$, et il n'est pas tellement possible d'augmenter encore cette épaisseur. Par contre, il est certainement possible de traiter cette résine afin qu'elle durcisse et qu'elle résiste mieux. Enfin, nous avons essayé de déposer un matériau de protection supplémentaire au-dessus d' YBaCuO .

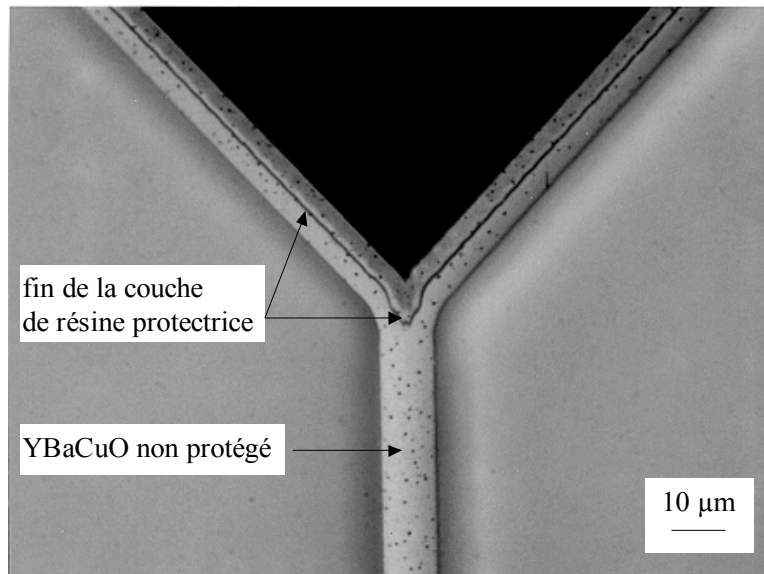
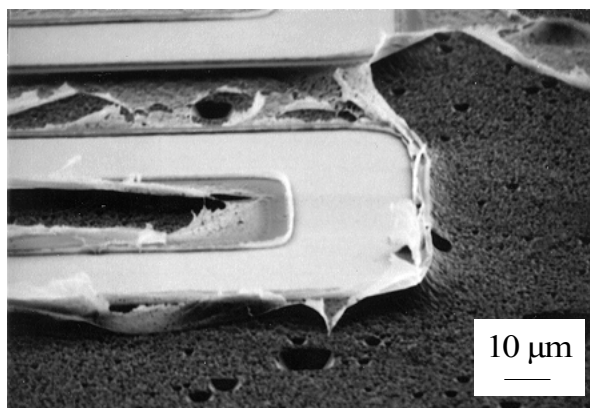


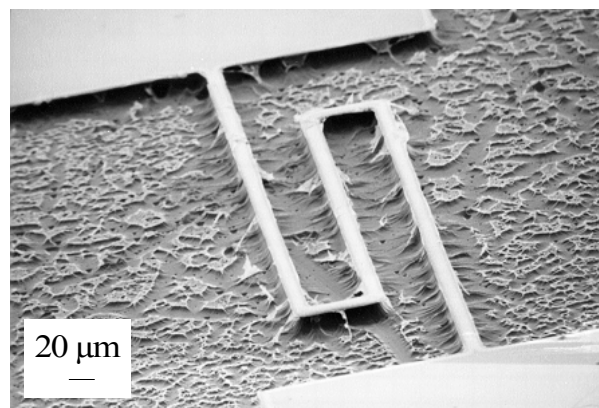
figure 2-46: Limitation de la largeur de gravure à cause de la gravure de la résine.

Les résultats n'ont pas été concluants dans la mesure où nous avons alors retrouvé les mêmes problèmes de dégagement des plots de contacts qu'avec la technique KOH. De plus, de nombreux ponts suspendus ont cassé sous le poids trop important de l'empilement.

Une étape critique du procédé est la gravure ionique des couches d'YBaCuO et des couches tampons. Il faut absolument graver la couche d'YSZ jusqu'au silicium, car ce matériau, et c'est notre chance pour la membrane de support, n'est absolument pas gravé par la gravure ionique réactive à base de SF_6 . Les photographies de la figure 2-47 montrent la situation où il restait une très fine couche d'YSZ, invisible à l'observation même au microscope optique, après la gravure ionique. Cette couche a été percée par endroit sous l'effet du bombardement, mais la gravure du silicium n'a pas pu se faire correctement.



a) Film très mince d'YSZ qui a gêné la gravure



b) Fond de gravure (silicium)

figure 2-47: Effet d'une gravure ionique incomplète de la couche d'YSZ après la gravure GIR.

g) *Caractérisation électrique: $R(T)$.*

La caractérisation électrique sera détaillée au chapitre 3 lors de l'utilisation des structures suspendues pour la détection. Du point de vue technologique, nous voulons montrer que l'YBaCuO suspendu garde de bonnes qualités supraconductrices, et que différents motifs appartenant au même substrat présentent les mêmes températures critiques (figure 2-48). Cette dernière propriété démontre la faisabilité d'une fabrication collective des structures suspendues, en vue de la fabrication de matrices de détecteurs. Chaque pixel doit alors avoir des propriétés similaires.

Le taux de réussite de la fabrication de structures suspendues par cette technique de GIR est supérieure à 90 %. Sur 12 motifs d'un échantillon, il arrive qu'un soit raté, la plupart du temps à cause d'une poussière présente sur l'échantillon, ou d'une bulle dans la résine.

Nous n'avons pas fait d'étude systématique sur la longévité des structures suspendues. Cependant, le méandre optimisé de largeur de piste 4 μm , dont nous avons mesuré la sensibilité dans l'infrarouge, a été sous test pendant trois mois en évoluant très peu.

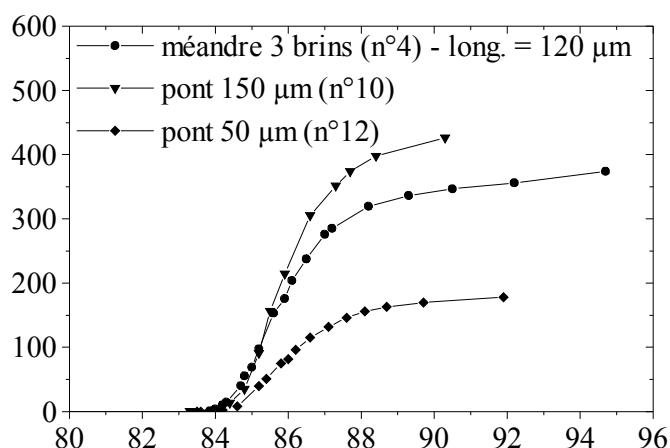
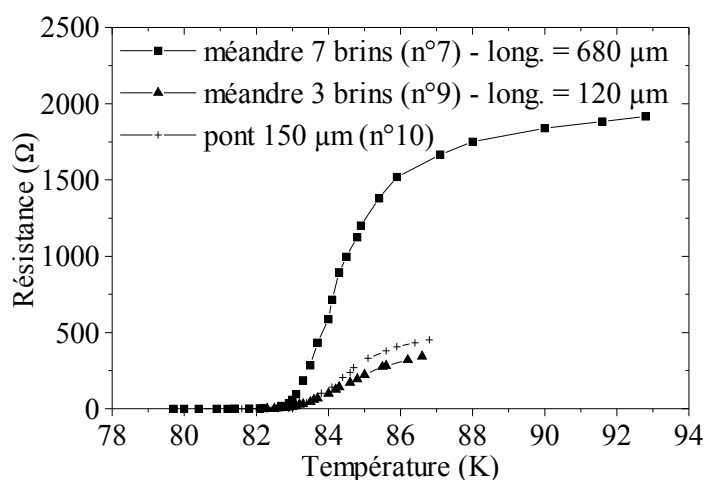


figure 2-48: Deux exemples de caractéristiques $R(T)$ mesurées sur plusieurs motifs suspendus d'un même échantillon (masque BOLO1; largeur de pistes = 10 μm).



4 - Technologie utilisant un substrat SIMOX.

a) *Présentation du substrat SIMOX.*

Un substrat SOI (Silicon On Insulator) est constitué d'une couche mince de silicium sur un oxyde. L'oxyde peut être un substrat massif: substrats SOS (Silicon On Sapphire), ou une couche enterrée.

On appelle substrats SIMOX (Separation by IMplanted Oxygen) les substrats SOI fabriqués par implantation d'une couche de SiO_2 dans un substrat de silicium massif (figure 2-49-a). L'implantation d'oxygène est réalisée à forte dose et à une énergie de l'ordre de 200 keV [0]. Le substrat est ensuite recuit à très haute température (1320 °C), pendant 6 heures, dans une atmosphère d'argon et d'oxygène pour former un film de silicium sans précipité d'oxyde, ainsi que des interfaces abruptes entre le SiO_2 et le Si. Les substrats SIMOX sont commercialisés par la société française SOITEC, issue du LETI en 1992, et par la société américaine IBIS. Ils possèdent une très bonne homogénéité des épaisseurs du film de silicium superficiel et de l'oxyde enterré, mais un coût élevé car ils nécessitent des machines spécifiques et puissantes.

Une autre technique de fabrication présentant un plus faible coût de fabrication est actuellement en développement au LETI: le "Wafer Bonding". Le substrat SOI est alors réalisé par collage direct entre deux plaquettes de silicium, l'une étant préalablement oxydée. Une première étape de nettoyage du silicium permet de préparer des surfaces hydrophobes (liaisons Si-H, Si-F, Si-C-H) ou hydrophiles (liaisons Si-O-H). Lors de la mise en contact, le collage est réalisé par des liaisons entre les Si-F et Si-H dans le cas des liaisons hydrophobes, ou entre les liaisons Si-O-H dans le second cas. Un recuit au dessus de 200 °C permet de solidifier la structure par formation de liaison Si-O-Si. Enfin, un amincissement de l'une des plaquettes permet d'obtenir l'épaisseur de silicium désirée. Cette technique ne limite pas le choix de l'épaisseur d'oxyde enterré.

Les substrats SOI ont différentes applications:

- circuits durcis pour les utilisations militaires, spatiales, ou encore dans l'accélérateur de particules du CERN. Grâce à leur couche d'oxyde, les technologies à base de SOI réalisent une isolation diélectrique complète entre les dispositifs d'une même plaquette. Cela permet d'éliminer les effets de transistor parasite (LATCH UP) et les erreurs logiques ("Single Event Upset") dans les circuits soumis à des impulsions de rayonnement électromagnétique (X ou γ), ou à des ions lourds énergétiques.

- fonctionnement à haute température (150 °C). A haute température, le fonctionnement des transistors MOS sur substrat massif est perturbé par l'apparition de courants de fuites, dus aux importantes surfaces des jonctions (source, drain et caisson). L'oxyde enterré remplace le caisson nécessaire à l'isolation entre les transistors de types différents.
- applications aux technologies futures à basse consommation (CMOS VLSI). L'isolation diélectrique complète entre dispositifs autorise un accroissement de la densité d'intégration. L'espace minimum n'est plus limité par des problèmes de verrouillage, mais uniquement par des règles de dessins imposées par la lithographie. De plus, l'utilisation de substrats SOI pourrait réduire la tension de seuil des dispositifs (au-dessous de 0,5 V) et ainsi réduire la tension d'alimentation, qui devra être de l'ordre de 1 à 2 V dans les années à venir.
- microtechnologie: application à la fabrication de capteurs. Des membranes pour capteurs de pression, fonctionnant à haute température ($> 400\text{ °C}$), sont réalisées par gravure de la couche d'oxyde enterré. Puisque nous maîtrisons la croissance d'YBaCuO sur silicium, nous avons cherché à appliquer cette idée à la fabrication de microbolomètres suspendus YBaCuO. Cette étude est résumée dans un article soumis à publication dans Applied Physics Letters [122].

b) Etapes technologiques de fabrication.

Nous avons utilisé des substrats SIMOX provenant du LETI. Les épaisseurs de silicium superficiel et de SiO_2 valent respectivement 150 nm et 400 nm. La séquence de fabrication est décrite en figure 2-49. Nous commençons par définir les motifs des futurs bolomètres dans la couche de silicium superficiel par photolithographie et gravure au GIR en atmosphère SF_6 (figure 2-49-b). L'échantillon est ensuite plongé dans une solution de HF à 10 % où seul l'oxyde de silicium est gravé, à une vitesse de 50 nm / min. Si le temps de gravure est suffisant, nous obtenons des ponts suspendus de silicium (figure 2-49-c). La dernière étape consiste à déposer les couches tampons et la couche d'YBaCuO sur ce "substrat de silicium suspendu" (figure 2-49-d). Les plots de contacts sont ensuite déposés à travers un masque mécanique.

Les couches déposées sur le silicium superficiel sont supraconductrices, alors que celles déposées sur le silicium massif en fond de substrat sont isolantes. Cette situation nous est favorable puisqu'elle évite tout risque de court-circuits par le fond de substrat. Elle s'explique par la forte rugosité que présente la surface du fond de substrat qui constituait l'interface entre le silicium massif et la couche de SiO_2 implantée dans le substrat SIMOX avant la gravure dans HF. Par cette technique, le film d'YBaCuO est donc suspendu et mis en forme sans avoir subi aucune étape technologique.

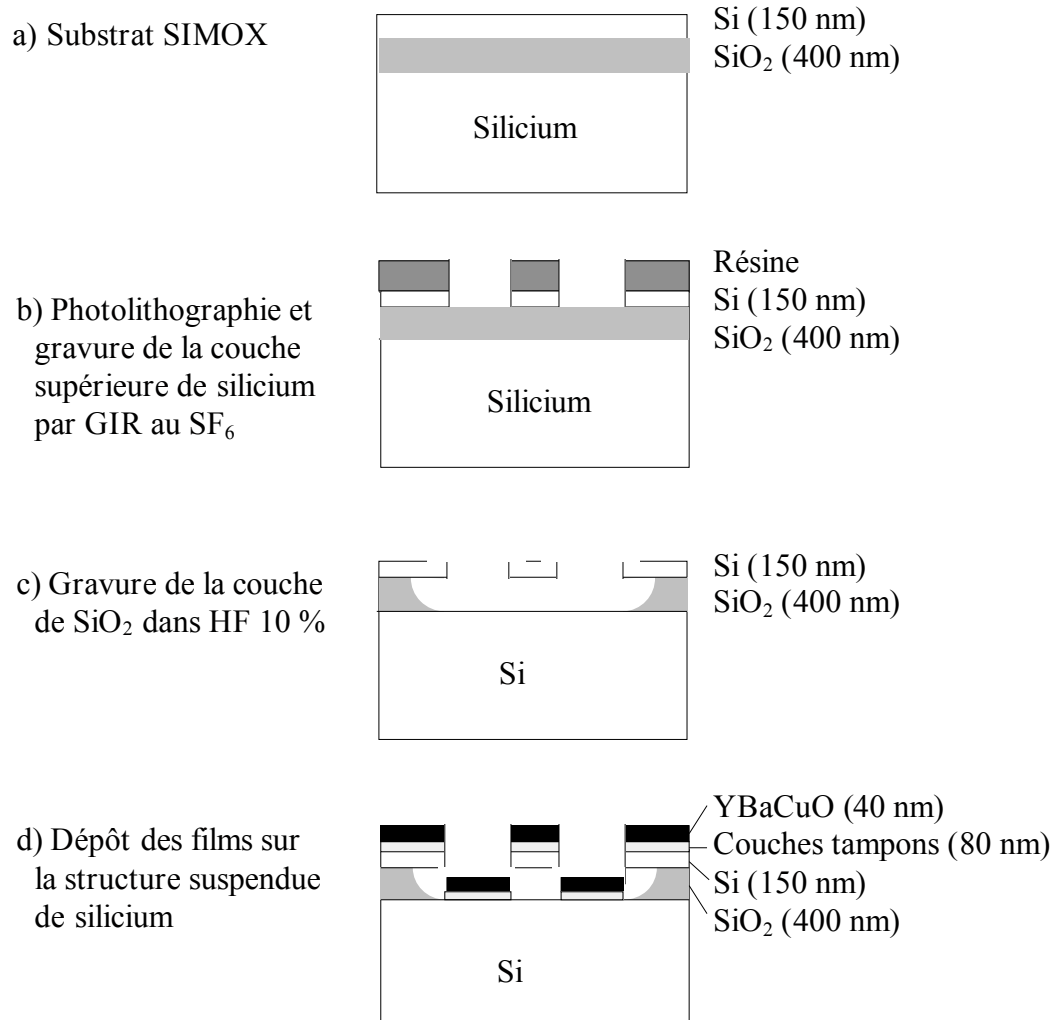
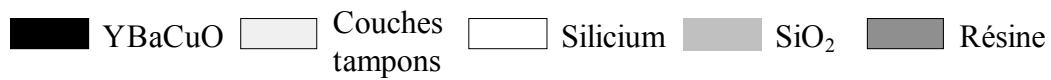


figure 2-49: Séquence de fabrication d'une structure suspendue à partir d'un substrat SIMOX

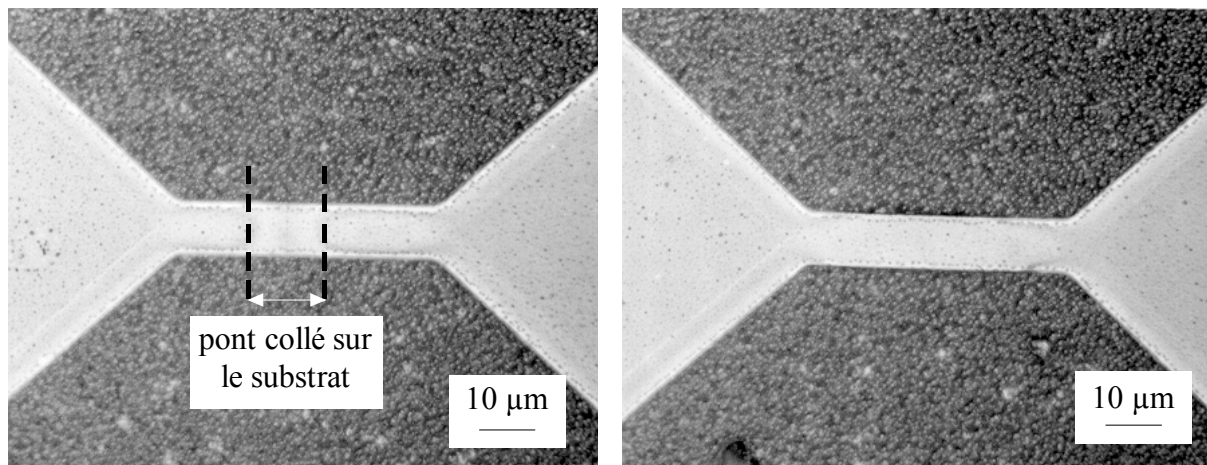
c) Limite du procédé.

L'espace entre la membrane de silicium et le fond du substrat est déterminé par l'épaisseur de la couche sacrificielle de SiO₂, qui vaut 400 nm. Comme le montre la photographie de la figure 2-50-a, il arrive que la membrane se colle au fond du substrat lors de la sortie de l'échantillon de la solution de HF. L'épaisseur de SiO₂, qui est pourtant la plus grande accessible par cette technologie, n'est pas suffisante pour éviter un collage électrostatique.

Afin de limiter la tension exercée sur les ponts lors de la traversée de la surface, nous sortons les échantillons de la solution de HF en position verticale, avant de les plonger dans

l'eau déionisée pour stopper la gravure. Nous ajoutons ensuite de l'alcool isopropylique au dessus de l'eau, de façon à favoriser l'évaporation du liquide sur l'échantillon lors de sa sortie de l'eau. Il arrive ainsi que certains motifs soient réussis, c'est à dire non collés, mais de façon non contrôlée (figure 2-50-b).

Enfin, ce problème pourrait être résolu en utilisant des substrats SOI fabriqués par la technique de "Wafer Bonding". Cette technologie permet en effet la réalisation de couches de SiO_2 de plus grande épaisseur (jusqu'à quelques microns).



a) pont $10 \times 50 \mu\text{m}^2$ où une partie est collée au substrat b) pont $10 \times 50 \mu\text{m}^2$ complètement suspendu.

figure 2-50: Illustration des problèmes de collage rencontrés lors de la fabrication des ponts à partir d'un substrat SIMOX.

d) Caractérisations électriques d'un pont de largeur $10 \mu\text{m}$ et de longueur $100 \mu\text{m}$: $R(T)$ et $J_c(T)$.

Le fait que l' YBaCuO ne subisse aucune des étapes de fabrication constitue le principal intérêt technologique de l'utilisation d'un substrat SIMOX. Les caractéristiques $R(T)$ de deux ponts suspendus de largeur $10 \mu\text{m}$ et de longueur $100 \mu\text{m}$, l'un de type SIMOX, l'autre de type GIR le démontrent (figure 2-51). Le pont SIMOX présente une température critique de 88 K , qui est supérieure de 1 K à la température critique du pont GIR. Il faut tout de même remarquer que la technologie GIR n'est pas très dégradante pour l' YBaCuO , même s'il subit une étape de photolithographie et deux étapes de gravure.

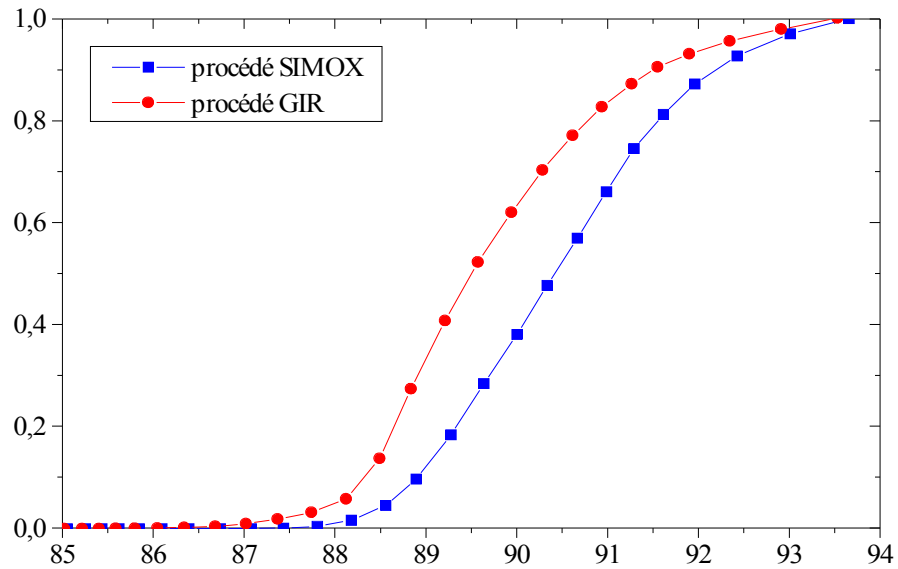


figure 2-51: Comparaison des caractéristiques $R(T)$ de deux ponts de largeur $10\ \mu\text{m}$ et de longueur $100\ \mu\text{m}$, l'un fabriqué par GIR l'autre à partir d'un substrat SIMOX.

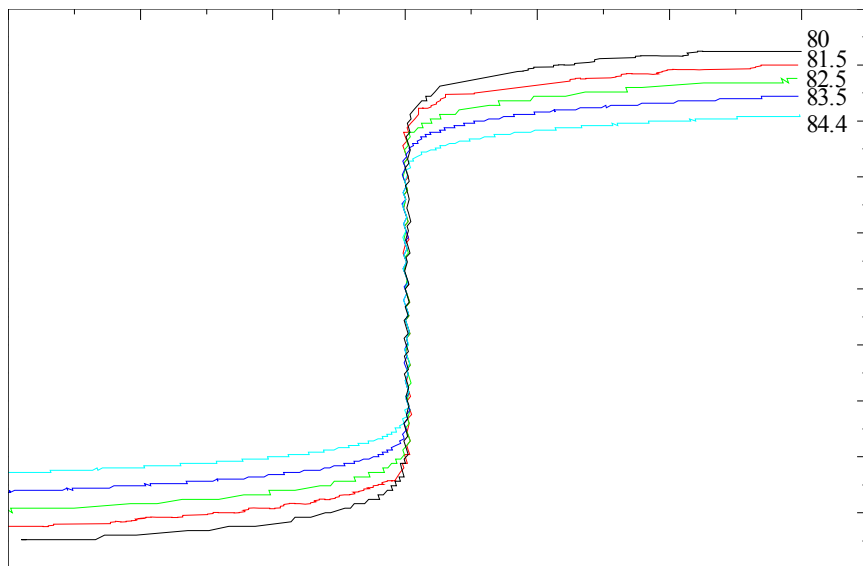


figure 2-52: Caractéristiques courant-tension d'un pont de largeur $10\ \mu\text{m}$ et de longueur $100\ \mu\text{m}$ fabriqué à partir d'un substrat SIMOX. Le film d'YBaCuO a une épaisseur de $40\ \text{nm}$. Les températures sont comprises entre $80\ \text{K}$ et $84,4\ \text{K}$.

La figure 2-52 représente les caractéristiques I-V mesurées sur un pont suspendu de type SIMOX de largeur $10\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ à des températures comprises entre 80 et 84,4 K. Afin de limiter les risques de destruction par emballement thermique, nous avons utilisé la polarisation en tension (chapitre 1- III-6 et chapitre 3- IV). A 80 K, le courant critique à $10\ \mu\text{V}$ ($0,1\ \text{V} / \text{m}$) est égal à 3 mA. Le film d'YBaCuO ayant une épaisseur de 40 nm, nous déduisons une densité de courant critique de $7,5\ 10^5\ \text{A} / \text{cm}^2$.

5 - Conclusions sur les trois techniques de fabrication.

a) Facilité de fabrication.

Les deux techniques utilisant la gravure ionique réactive et les substrats SIMOX sont clairement les plus simples de mise en œuvre. Elles ne nécessitent qu'une seule étape de photolithographie et dégradent très peu la qualité de l'YBaCuO.

Même si la technique de micro-usinage par KOH est très bien maîtrisée pour la fabrication des capteurs, il reste difficile de l'adapter à l'YBaCuO. La gravure étant très corrosive, nous n'avons pas trouvé de matériau de protection assez efficace et compatible avec l'YBaCuO.

b) Considérations a priori pour les performances en photodétection.

La technique KOH nécessite une couche de protection supplémentaire. La capacité calorifique des structures suspendues fabriquées ainsi seront plus élevées que celles fabriquées par GIR et avec SIMOX. Le temps de réponse devrait donc être augmenté sans amélioration de la sensibilité, sauf si cette couche supplémentaire est aussi un bon absorbant à la longueur d'onde étudiée.

La technique GIR permettra la réalisation des bolomètres de plus petite conductance thermique, puisque c'est elle qui met en jeu le moins de matériau. Dans le cas du SIMOX, il reste une fine couche de silicium sous les couches tampons et l'YBaCuO qui améliorera la rapidité du bolomètre. Nous étudierons alors quelle est la perte en sensibilité correspondante.

Les membranes des ponts de type SIMOX étant constituées de silicium, elles seront certainement plus robuste mécaniquement et électriquement, puisque les plus grandes conductances thermiques permettront des courants plus élevés.

CHAPITRE 3 - CARACTÉRISATION DES BOLOMÈTRES SUSPENDUS

I -Introduction.

Les résultats du chapitre précédent ont montré la faisabilité technologique des structures suspendues YBaCuO et la reproductibilité obtenue lors de la fabrication. Il reste maintenant à démontrer que ces structures sont utilisables en tant que détecteurs. En effet, étant donné leur grand degré d'isolation thermique, ces structures sont extrêmement fragiles et très exposées à une destruction par emballement thermique.

Avant de mesurer les performances des bolomètres pour la détection infrarouge, il est indispensable de bien comprendre le comportement électro-thermique des structures réalisées. Nous présentons ainsi au paragraphe III une étude qui confronte modèle thermique et mesures sur de simples lignes suspendues de type GIR en fonction de leurs paramètres géométriques. Nous reportons également une mesure réalisée sur un pont de type SIMOX. Les résultats sont comparés à un pont de type GIR de mêmes dimensions et analysés en tenant compte de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique des matériaux mis en jeu. Parallèlement, une étude originale de la zone d'emballement thermique a pu être réalisée sans destruction systématique des ponts grâce à la polarisation en tension (paragraphe IV).

L'ensemble des mesures précédentes et des calculs nous a permis de définir des critères pour la fabrication d'un détecteur optimisé par la technique GIR, en tenant compte à la fois des caractéristiques thermiques, du facteur de remplissage mais aussi des contraintes technologiques. La sensibilité à l'irradiation d'un corps noir et le bruit ont été mesurés afin de déterminer le NEP et la détectivité D^* des bolomètres. Ces caractéristiques sont reportées au paragraphe V et comparées à la littérature.

Les mesures de conductance thermique, bande passante et bruit ont été réalisées lors de deux séjours au laboratoire GREYC à l'ISMRA de Caen, et les mesures en polarisation en tension et de sensibilités au corps noir au CEA à Grenoble.

II -Dispositifs expérimentaux.

1 - Amplificateur.

Nous utilisons sur les deux bancs de mesures (Caen et Grenoble) le même type d'amplificateur différentiel bas bruit développé à Caen [123]. Il est construit autour d'un amplificateur d'instrumentation SSM2017 qui présente à 10 kHz un niveau de bruit de $0,9 \text{ nV} / \sqrt{\text{Hz}}$ (voir schéma complet en annexe F). Deux types de polarisation, en courant et en tension, sont disponibles. La polarisation en courant est réalisée à travers une résistance d'injection élevée devant la résistance du détecteur. Le second type de polarisation sera détaillé lors de l'étude des caractéristiques I-V des microstructures suspendues dans et au delà de la zone d'emballage thermique (paragraphe IV).

2 - Banc de mesures électriques et optiques (GREYC-Caen).

a) Dispositif de mesures.

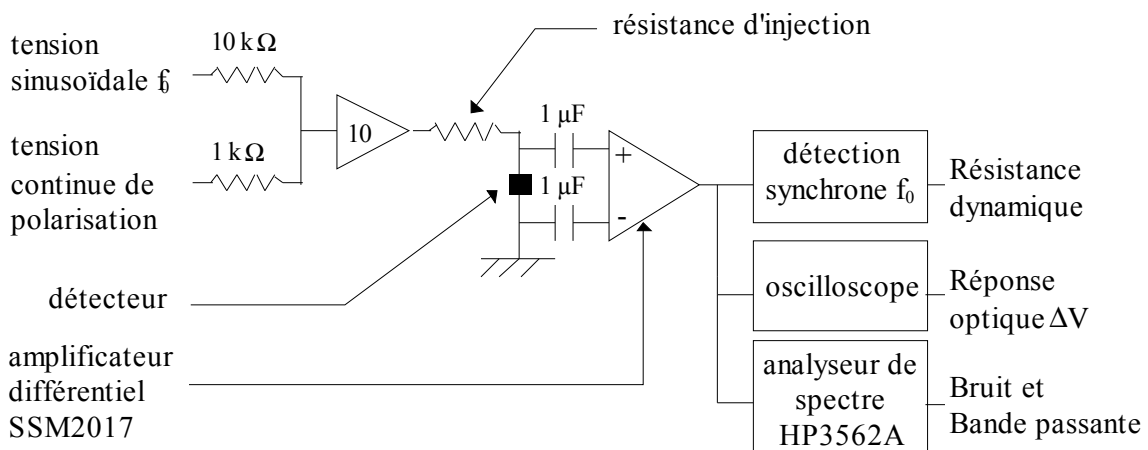


figure 3-1: Représentation schématique du dispositif de mesures.

La résistance dynamique du détecteur est mesurée en quatre points en permanence de façon dynamique, par injection d'un petit courant sinusoïdal ($3,2 \text{ nA}$ efficace à une fréquence f_0 d'environ 700 Hz) superposé au courant de polarisation continu (figure 3-1). La tension correspondante est mesurée par détection synchrone. Grâce à un découplage capacitif à l'entrée de l'ampli, seule l'amplitude du signal de détection est amplifiée, on s'affranchit donc du niveau continu important au milieu de la transition résistive. Un analyseur de spectre HP3562A est utilisé pour les mesures de bande passante et de bruit.

b) Le cryostat.

Le cryostat utilisé à Caen comprend une garde extérieure remplie d'azote liquide. Le réservoir intérieur peut être rempli d'azote ou d'hélium liquide. L'échantillon est maintenu sous vide et est refroidi par contact avec le doigt froid. Dans sa configuration simple, une résistance chauffante permet d'ajuster la température lue par une diode calibrée et deux échantillons peuvent être testés lors d'une descente à froid. Comme on le verra lors des mesures de bruit à basse fréquence sur les méandres, il peut être équipé d'un système de régulation de température très performant. Un thermomètre supraconducteur est alors placé à la place d'un échantillon et remplace la diode.

Les échantillons sont collés à la laque d'argent sur un porte échantillon en alumine avec pistes d'or ou en époxy avec pistes de cuivre. Les contacts entre échantillon et support sont réalisés avec un fil d'aluminium par soudure aux ultrasons.

c) Diode laser et visualisation du spot.

Les mesures optiques sont réalisées sous irradiation d'une diode laser émettant à 788 nm. Sa puissance nominale est 3 mW et peut être modulée jusqu'à quelques dizaines de MHz. Le cryostat est équipé de hublots transparents dans le visible. Une loupe binoculaire et une caméra CCD sont installées de façon à observer la position et la forme du spot sur l'échantillon.

3 - Banc de mesures dans l'infrarouge (CEA-Grenoble).

a) Le cryostat.

Le cryostat utilisé lors des mesures infrarouges est un cryostat compact à bain d'azote liquide emprunté au Laboratoire d'Infrarouge du LETI (LIR). L'échantillon est maintenu sous vide statique et est refroidi par contact avec le doigt froid à 77 K (figure 3-2). Son autonomie après remplissage est d'environ une heure. Afin de pouvoir choisir la température de travail, il a fallu modifier le doigt froid en ajoutant une résistance de chauffage et une sonde de température. L'énorme avantage d'un tel cryostat est sa grande souplesse d'utilisation. Comme le montrent les figure 3-3 et figure 3-4, la température, 78 K lors de la descente à froid, et le changement de température sont stabilisés en environ 4 minutes. A l'inverse, les variations de température dues aux fluctuations de température du bain d'azote lui-même peuvent se révéler limitantes. Ce cryostat est donc bien adapté aux mesures de sensibilités, mais il sera nécessaire d'utiliser un doigt froid avec une plus grande masse thermique et une régulation de température pour réaliser des mesures de bruit à basse fréquence.

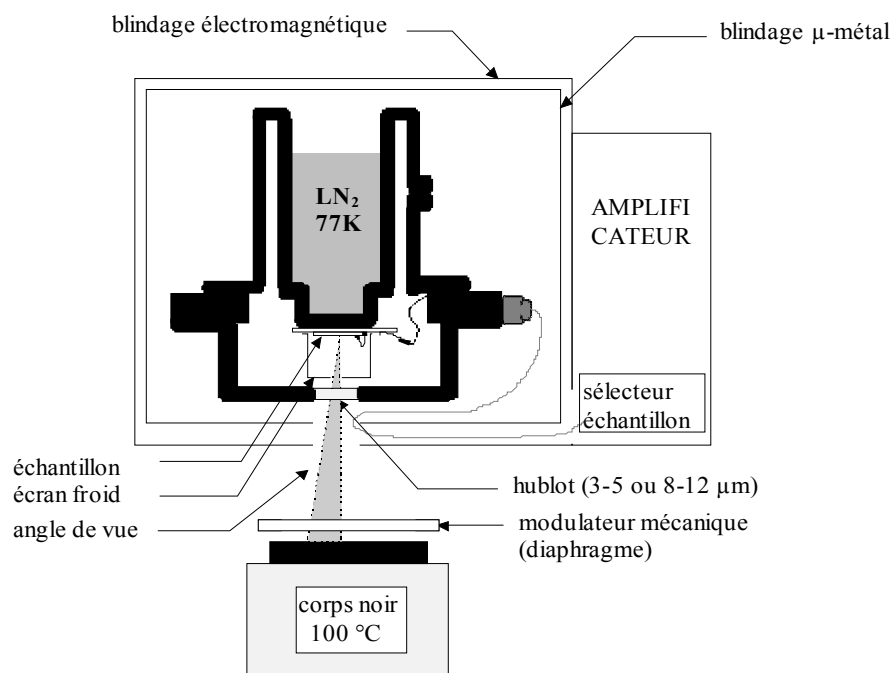


figure 3-2: Description du banc de mesures infrarouges.

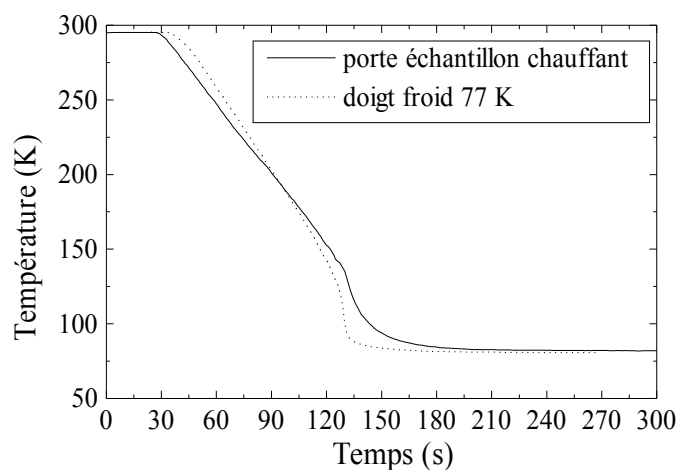


figure 3-3: Dynamique de refroidissement du cryostat LIR

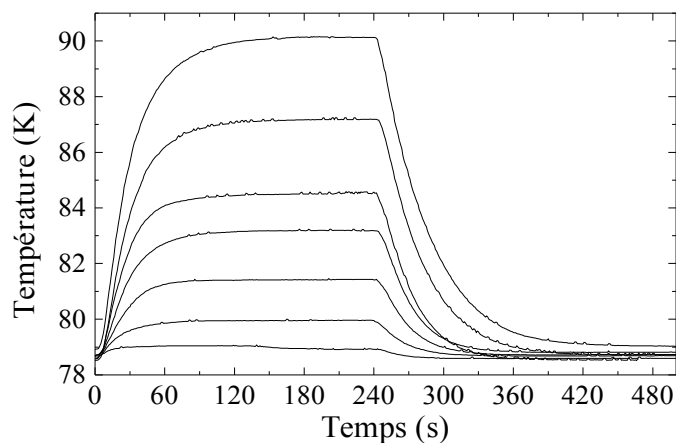


figure 3-4: Changement de température du cryostat LIR selon le courant de chauffage (compris entre 10 et 70 mA).

b) Connections électriques.

Les échantillons sont collés sur une plaquette d'alumine avec de la laque d'argent. Les contacts sont alors pris par soudure aux ultra-sons avec un fil d'or entre les plots d'or de l'échantillon et les pistes d'or de la plaquette. Un connecteur, développé au CEA-LETI, se positionne ensuite sur la plaquette et permet de sortir les signaux par une nappe de 37 fils. Les signaux sortant du cryostat entrent ensuite directement dans le coffret blindé de l'amplificateur sans sortir du blindage. Nous avons pris soin de relier toutes les masses entre elles (amplificateur, corps du cryostat, alimentation). Le système permet de tester jusqu'à 8 échantillons lors d'un refroidissement.

c) Puissance émise par le corps noir et reçue par un pixel.

L'énergie rayonnée par la surface d'un corps noir est donnée par la loi de Stephan [124]:

$$q_0 = \sigma_0 \left(\frac{T}{100} \right)^4 \quad (3-1)$$

où q_0 est l'énergie rayonnée, exprimée en W / m^2 , dans toutes les directions, sur toutes les longueurs d'onde, par unité de surface et de temps, σ_0 vaut $5,73 W / m^2$ et T est en K. Le corps noir est porté à la température $100^\circ C$, on a donc:

$$q_0 = 5,73 \times \left(\frac{373}{100} \right)^4 = 1109 W / m^2 \quad (3-2)$$

Le détecteur reçoit les radiations par une ouverture ménagée dans l'écran froid relié au doigt froid qui le protège des radiations à 300 K du capot du cryostat. La hauteur de cet écran ($d = 1,6$ cm) et le diamètre de l'ouverture définissent l'angle de vue du détecteur (figure 3-5). La puissance reçue par le détecteur va dépendre alors de sa surface propre et de l'angle solide avec lequel il voit le corps noir. Nous disposons de deux ouvertures, de surface S' , définissant deux angles de vue différents. Par la suite, la surface S d'un pixel sera fixée à $100 \times 100 \mu m^2$, dimension assez standard dans le domaine des détecteurs. La distance entre le détecteur et le corps noir sera fixée à 10 cm lors de toutes les mesures. Il est indispensable de s'assurer par une simple construction géométrique que l'angle solide défini par l'ouverture est entièrement compris dans la surface du corps noir, de diamètre 5 mm (figure 3-5). La puissance reçue par le détecteur s'écrit en fonction de l'angle de vue:

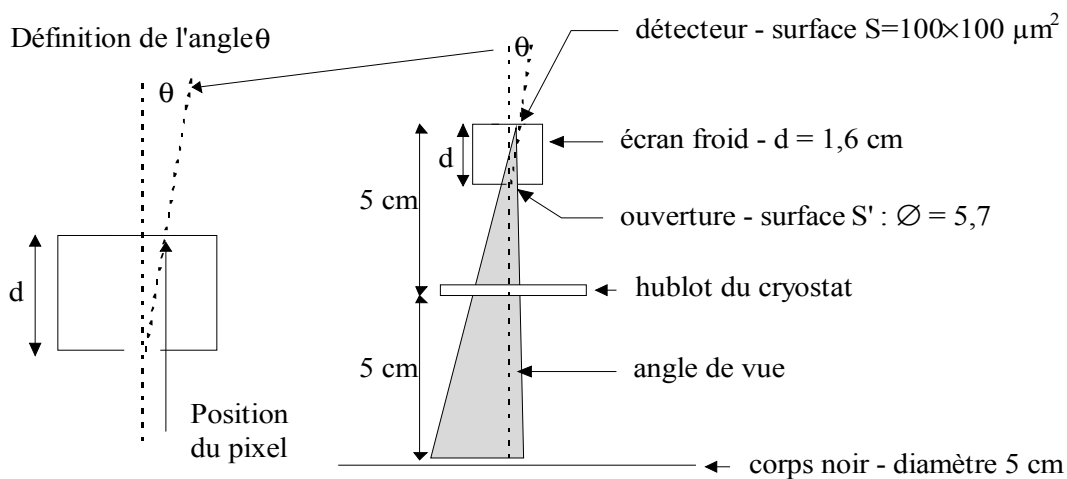


figure 3-5: Dimensions utiles pour le calcul de la puissance reçue par le détecteur.

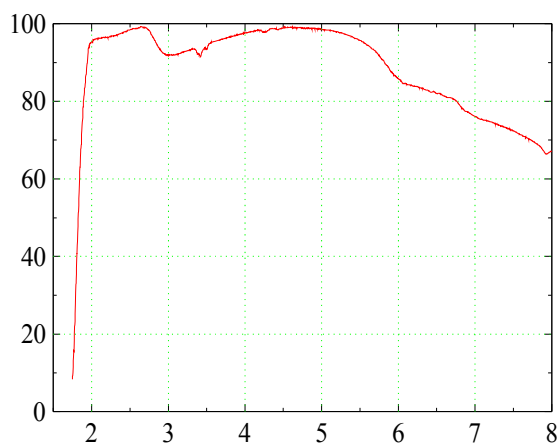


figure 3-6: Transmission du hublot 3-5 μm .

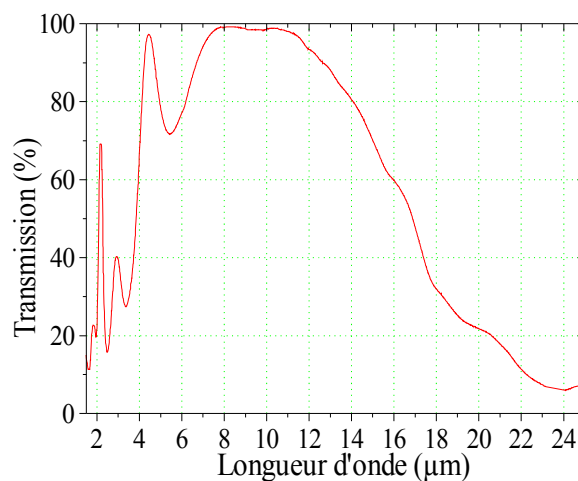


figure 3-7: Transmission du hublot 8-12 μm .

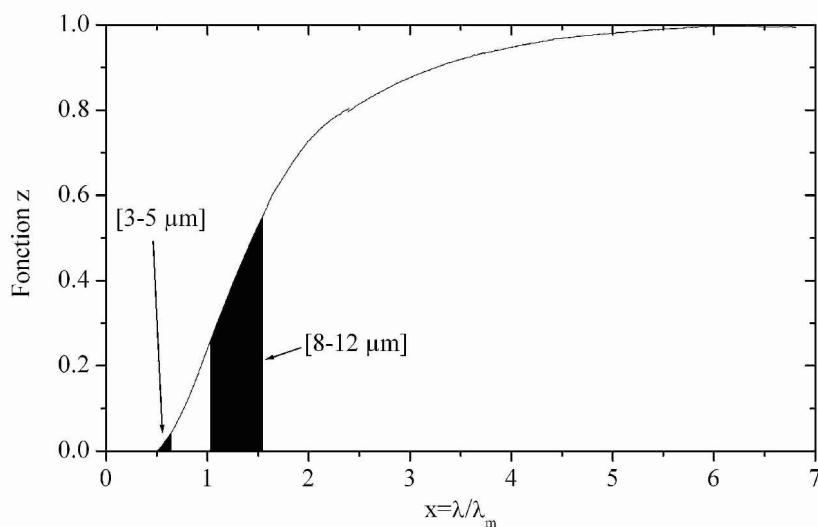


figure 3-8: Fonction $z(x)$ définissant la fraction du rayonnement compris entre λ_1 et λ_2 .

$$P_{\text{reçue}} = q_0 \times \frac{SS'}{d^2} \times \cos^2 \theta \quad (3-3)$$

où S, S' et d sont définies sur la figure 3-5 et θ est l'angle entre l'axe de l'ouverture S' et la droite passant par le centre du détecteur. Dans le cas du masque optimisé BOLO2, les pixels ont été volontairement regroupés au centre de l'échantillon et $\cos \theta$ est proche de 1. Le calcul de l'angle solide par S'/d^2 est une approximation. L'erreur que nous commettons est négligeable (puissance trop élevée d'environ 2 %). L'application numérique donne 1,1 μW pour l'ouverture de 5,7 mm et 0,54 μW pour l'ouverture de 4 mm.

d) *Hublots - filtres.*

La transmission des hublots doit être prise en compte dans le calcul de la puissance reçue. Nous disposons de deux hublots: l'un est transparent dans la gamme 3-5 μm , l'autre dans la gamme 8-12 μm (figure 3-6 et figure 3-7). Ils couvrent des domaines de longueurs d'ondes infrarouges standards couramment utilisés au Laboratoire d'Infrarouge pour la caractérisation des détecteurs. La formule de Stephan que nous avons utilisée précédemment donne la puissance émise dans toutes les longueurs d'onde. Le calcul de la fraction du rayonnement total, comprise dans un intervalle donné de longueurs d'onde λ est immédiat en faisant usage de la courbe de la figure 3-8. Celle-ci donne les valeurs de la fonction

$$z(x) = \int_0^x e_0 dx / \int_0^\infty e_0 dx \text{ dans laquelle } x = \lambda / \lambda_m, \text{ avec } \lambda_m \text{ qui représente le maximum d'émission}$$

(Wien) à une température donnée et vaut $2896 / T$, soit 7,76 μm pour le corps noir à la température 100 °C (λ_m en μm et T en K). La fraction du rayonnement total comprise entre x_1 et x_2 vaut $f = z(x_2) - z(x_1)$. Nous avons déterminé les fractions de puissance traversant chaque hublot, en tenant compte de la transmission et de f: 0,6 pour le hublot 8-12 μm et 0,2 pour le hublot 3-5 μm . La puissance reçue par le détecteur de taille $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ est reportée dans le tableau 3-1:

	ouverture 4 mm (0,54 μW)	ouverture 5,7 mm (1,1 μW)
hublot 3-5 μm ($\times 0,2$)	0,108 μW	0,22 μW
hublot 8-12 μm ($\times 0,6$)	0,324 μW	0,66 μW

tableau 3-1: Puissance reçue par un détecteur de taille $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ selon le hublot et l'ouverture utilisés pour un corps noir à 100 °C.

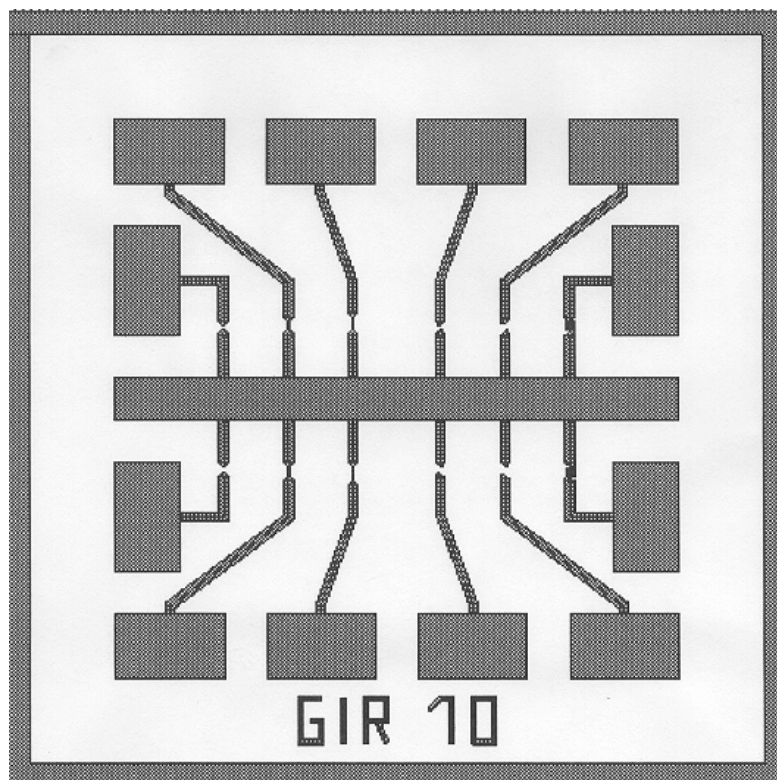


figure 3-9: Description d'une puce 1 cm \times 1 cm du masque BOLO1.

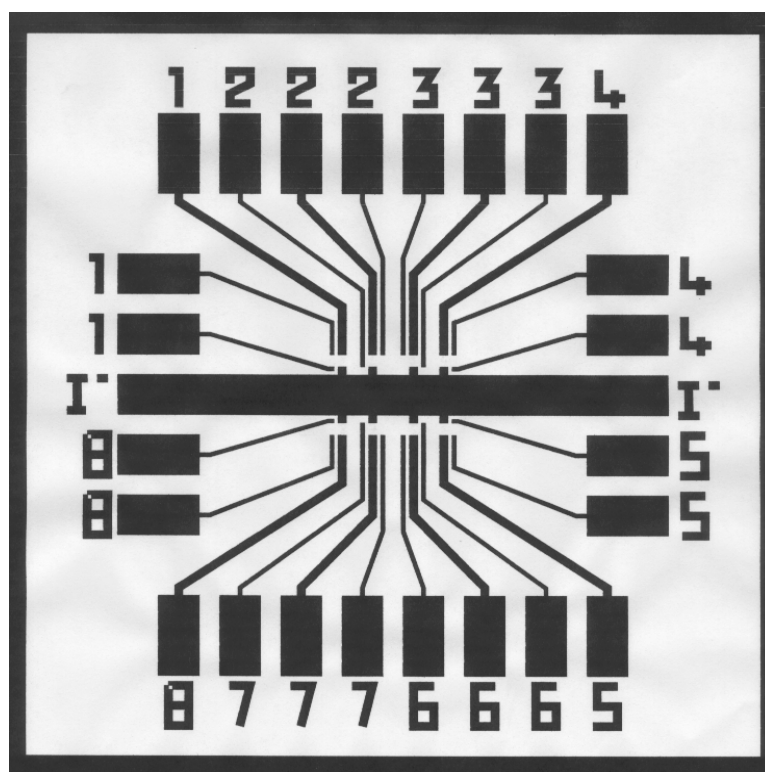


figure 3-10: Description d'une puce 1 cm \times 1 cm du masque BOLO2.

III -Caractéristiques électro-thermiques des lignes suspendues; confrontation du modèle thermique et des mesures.

1 - Introduction.

Au chapitre 1, nous avons exprimé la sensibilité d'un bolomètre polarisé en courant en fonction de la conductance thermique G et de la constante de temps de réponse τ :

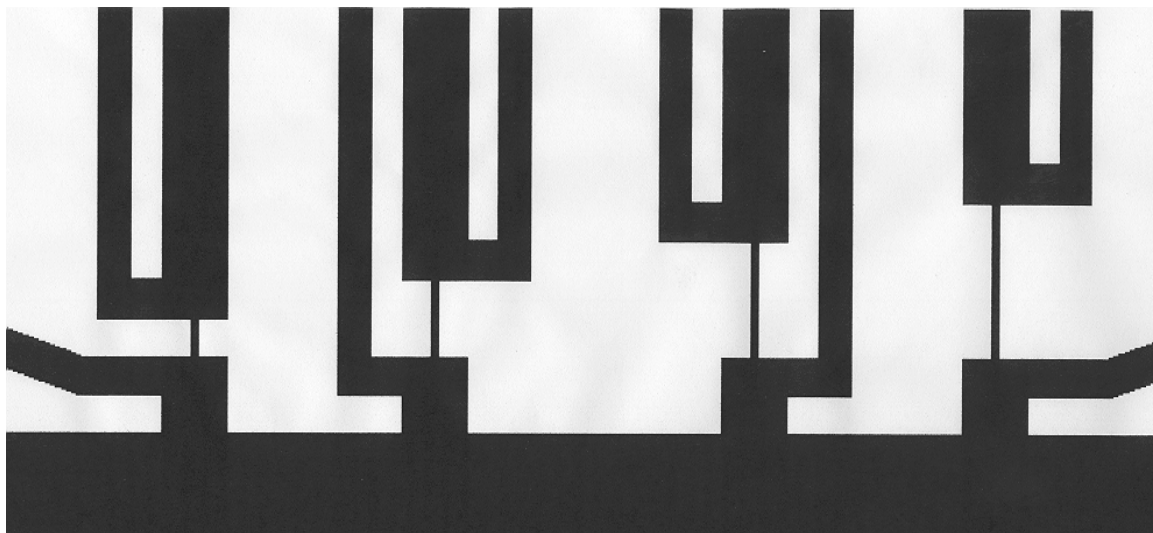
$$S = \frac{\eta I_{DC}}{G\sqrt{1 + \omega^2 \tau^2}} \times \frac{dR}{dT} \quad (3-4)$$

Afin de définir une structure suspendue optimisée pour la détection, il est indispensable de connaître l'évolution de ces deux grandeurs en fonction de la géométrie. Dans un premier temps, nous avons étudié des lignes suspendues à cause de leur géométrie simple. Les équations de diffusion de la chaleur dans un solide nous ont permis d'exprimer G et τ en fonction des dimensions des ponts. Nous avons ensuite vérifié la validité de chaque expression en la confrontant aux résultats des mesures.

Ces mesures consistent essentiellement à étudier le comportement des ponts soumis à un échauffement, de nature électrique (effet Joule) ou optique (diode laser). Le chauffage électrique nous a permis de déterminer la conductance thermique G , par mesure de l'élévation de température provoquée par le passage d'un courant continu I_{DC} . La puissance effectivement reçue par le pont est alors exactement connue, puisque égale à $R \times I_{DC}^2$, contrairement au cas optique où l'absorption des films et la distribution de puissance dans le spot interviennent. De façon complémentaire, puisque la puissance de la diode laser est localisée et peut être facilement modulée, nous l'avons utilisée pour mesurer la réponse optique en fonction de la position du spot le long du pont et la bande passante. Bien que ce ne soit pas le but principal de cette étude préliminaire, étant donnée la surface des ponts inadaptée à la détection, les sensibilités optiques, NEP et détectivités de certains ponts ont été évalués.

2 - Echantillons étudiés.

Nous avons commencé par des mesures sur des ponts de type GIR de largeur $10 \mu m$ et de longueurs 50 , 100 et $150 \mu m$ réalisés à partir du masque BOLO1 (figure 3-9). Différents points du modèle thermique ont pu être vérifiés mais une erreur de conception majeure sur le masque s'est révélée. En effet, la résistance mesurée entre V^+ et V^- était la somme de la résistance du motif et des lignes d'amenées. En conséquence, une imprécision trop grande sur la valeur réelle de la résistance du motif nous a empêché de déterminer correctement la



*figure 3-11: Détail des prises de tension placées au ras des motifs dans le masque BOLO2
(exemple des ponts de largeur 10 μm)*

conductance thermique. Les mesures sur des ponts de largeurs 4, 6 et 8 μm et de longueurs 100, 150 et 200 μm issus du masque corrigé BOLO2 (figure 3-10) complète l'étude sur la conductance thermique électrique et la bande passante. La figure 3-11 détaille la position des prises de tension placées au ras des motifs dans le masque BOLO2. La résistance mesurée entre V^+ et V^- est alors exactement celle du pont. Le courant est injecté par la borne I^+ du motif choisi et sort par la borne commune I . Un seul pont de type SIMOX, de largeur 10 μm et de longueur 100 μm , issu de BOLO1, a été étudié.

Les températures critiques des échantillons étudiés étaient environ 84 K pour la série BOLO1 et 82 K pour la série BOLO2. Le pont SIMOX transite à 86 K environ.

3 - Dépendance du signal optique avec la température.

La caractérisation d'un échantillon commence par la mesure de sa caractéristique $R(T)$. Cela est indispensable afin de déterminer les valeurs du thermomètre dR / dT , qui permettront de déduire l'élévation de température à partir de la variation de résistance. Cette mesure est le point critique de l'étude. En effet, la température est mesurée avec une sonde de température classique, qui est beaucoup moins sensible que le bolomètre en cours de test. La résistance du détecteur peut changer du simple au double pendant que la température lue reste constante. Il existe donc une incertitude sur la valeur exacte du facteur de conversion de ΔR en ΔT .

La figure 3-12 montre que la réponse optique évolue, à l'incertitude de mesure de température près, comme la dérivée de la résistance et confirme sa nature bolométrique. Pour

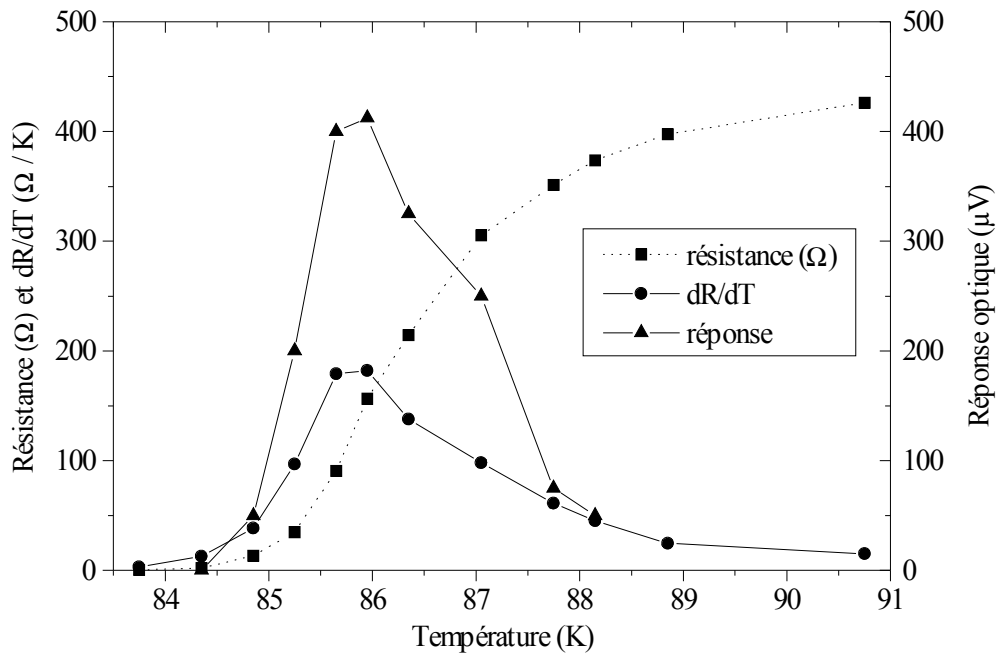


figure 3-12: Evolution de dR / dT et de la réponse optique en fonction de la température pour un pont $10 \times 150 \mu m^2$.

la suite de l'étude, nous nous placerons toujours à la température à laquelle la réponse optique est maximale.

4 - Conductance thermique électrique.

a) Calcul selon le modèle thermique dans le cas d'un chauffage uniforme.

D'après Carslaw & Jaeger [125], la forme générale de l'équation de diffusion de la chaleur dans un solide est:

$$\vec{f} = -k \times \nabla(T) \quad (3-5)$$

où f est le flux de chaleur et k la conductivité thermique du matériau. L'équation en fonction du temps est:

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla \cdot \vec{f} = q \quad (3-6)$$

où ρ est la masse volumique, c est la chaleur spécifique du matériau et q est la densité de chaleur par unité de volume déposée dans le matériau.

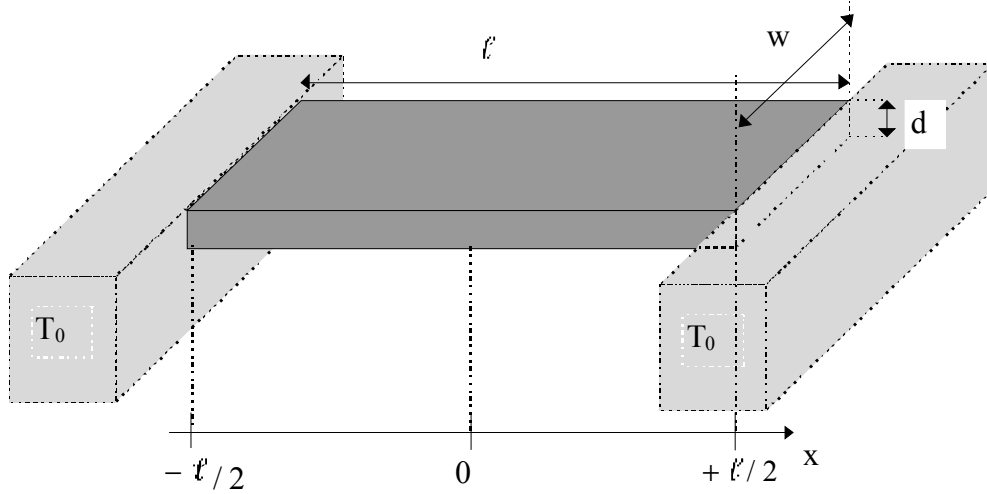


figure 3-13: Structure considérée dans le calcul de la conductance thermique électrique.

Etudions l'élévation de température provoquée par un chauffage uniforme (électrique ou optique) sur l'ensemble d'un pont suspendu. La structure envisagée est représentée par une bande de largeur w , de longueur l et d'épaisseur d thermallisée à ses extrémités à la température T_0 (figure 3-13). A l'équilibre, et en faisant l'hypothèse adiabatique qu'il n'y a aucune fuite latérale (la chaleur ne s'évacue que par les deux extrémités du pont, selon x), l'équation (3-6) devient :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = -\frac{q}{k} \quad \text{avec } T = T_0 \text{ pour } |x| = l/2, \quad (3-7)$$

La température le long du pont a donc un profil parabolique: $T - T_0 = \frac{q}{2k} \left(\frac{l^2}{4} - x^2 \right)$ (3-8)

L'élévation moyenne de température le long du pont ($-l/2 < x < +l/2$) est: $\overline{\Delta T} = \frac{ql^2}{12k}$ (3-9)

Si on appelle P la puissance totale déposée dans le pont, on a $P = q \times l \times wd$. La conductance

thermique G , définie par $G = \frac{P}{\Delta T}$, s'écrit:

$G = \frac{12kwd}{l} \quad (\text{en W / K}) \quad (3-10)$
--

Dans un premier temps, nous vérifierons la dépendance en w / l par des mesures sur des ponts de dimensions différentes, en considérant la tri-couche comme un seul matériau. Une étude plus détaillée en fonction des matériaux sera faite au paragraphe 7 lors de la comparaison avec un pont suspendu de type SIMOX. La cohérence de la valeur mesurée avec celle attendue par application numérique de la formule (3-10) sera alors discutée.

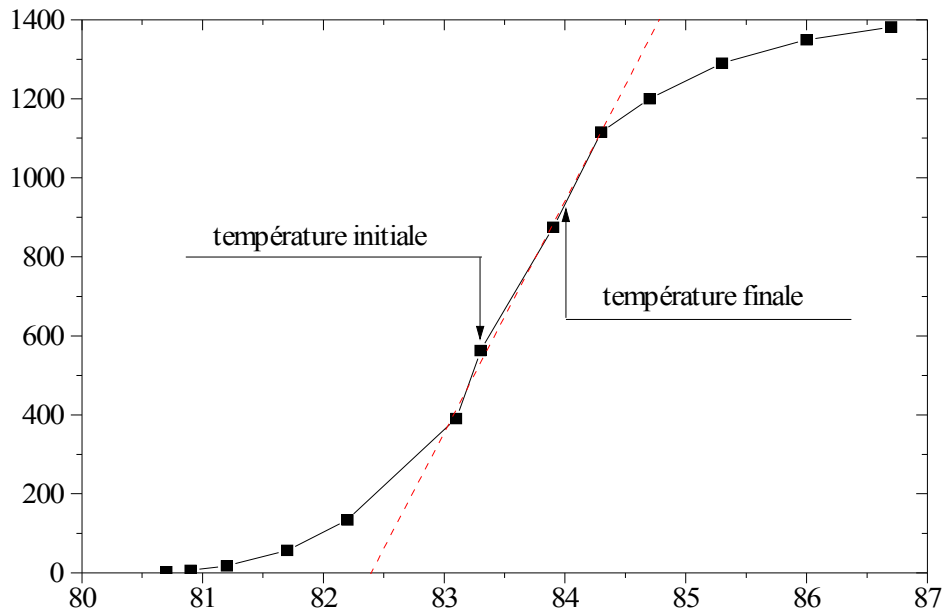


figure 3-14: Températures initiale et finale lors de la mesure électrique de la conductance thermique décrites sur le $R(T)$ du pont $6 \times 200 \mu\text{m}^2$ (BOLO2).

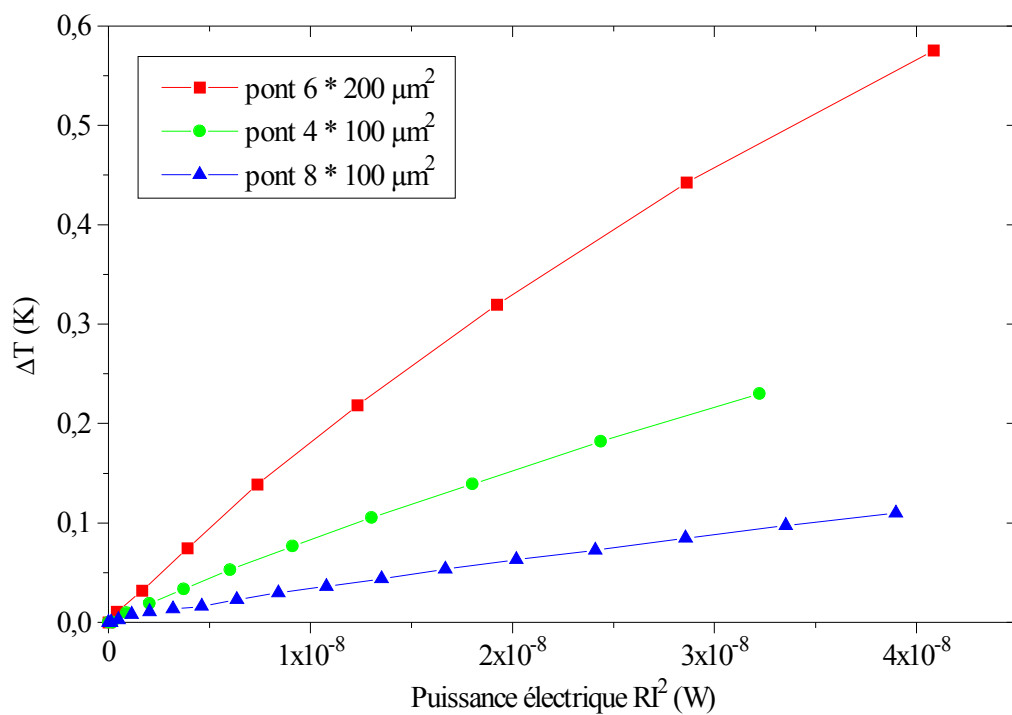
b) Mesures sur les ponts GIR (BOLO2).

Nous avons mesuré la conductance thermique électrique G des ponts suspendus de différentes largeurs et longueurs, issus du masque BOLO2. La procédure de mesure est la suivante:

- la température initiale de l'échantillon est choisie dans la transition résistive (figure 3-14).
- le passage d'un courant continu I_{DC} dans la structure apporte une puissance RI_{DC}^2 connue, et provoque une élévation de température ΔT donc de résistance ΔR .
- la valeur de la résistance est alors enregistrée pour différentes valeurs de courant, donc de puissance.
- la mesure préalable du $R(T)$ du motif nous donne la valeur de dR / dT dans le domaine de résistance considéré et permet de déduire l'élévation de température ΔT correspondant à la puissance reçue RI_{DC}^2 .

Les résultats de l'évolution de ΔT en fonction de la puissance sont reportés sur la figure 3-15. On remarque tout de suite que les courbes ne sont pas linéaires, et cela même si l'on s'attache à diviser chaque valeur de ΔR par la valeur de dR / dT mesurée à la température

a)



b)

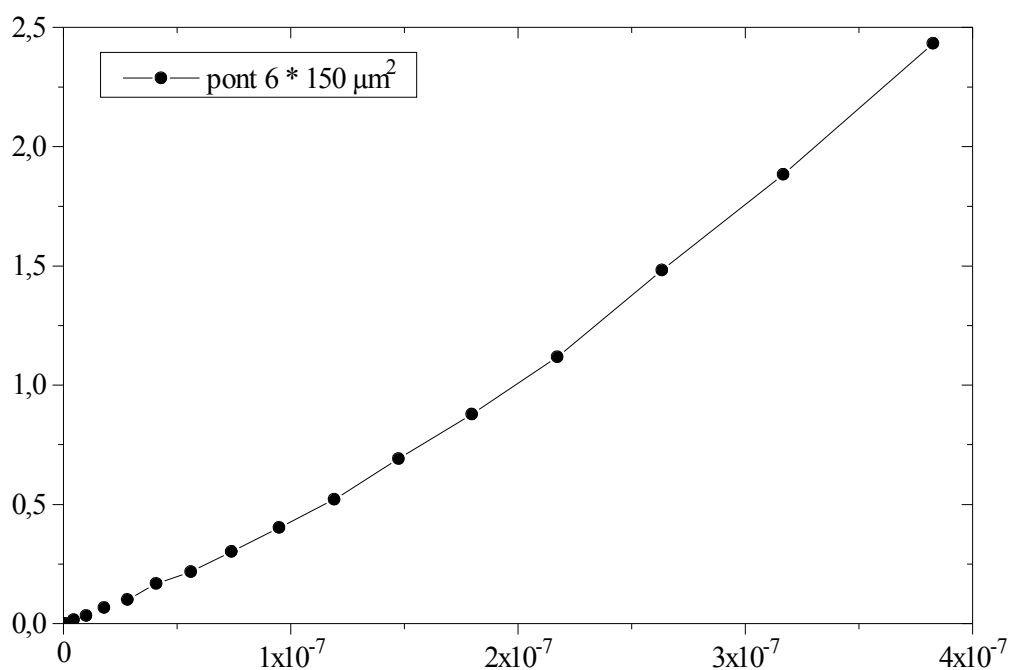


figure 3-15: Elévation de température provoquée par le passage d'un courant continu à partir de $T=83,4$ K mesurée sur 4 ponts de la série BOLO2

finale. Cela est une conséquence de l'incertitude sur la mesure du $R(T)$. Pour contourner ce problème, la valeur de G a été déterminée comme l'inverse de la pente de chaque courbe dans sa partie linéaire, c'est à dire à l'origine. Les résultats et les puissances considérées comme limite de la zone linéaire sont reportés dans le tableau 3-2. L'écart à la linéarité des courbes de la figure 3-15-a) montre que la mesure a été faite à une température inférieure au maximum de dR / dT ; dans la figure 3-15-b), la courbe est incurvée dans le sens contraire, montrant que l'on avait dépassé le maximum.

Structure	G mesurée (W / K)	$\frac{dR}{dT}$ (Ω / K)	Puissance considérée dans le calcul (W)	$\frac{G}{dR/dT} \times \frac{t'^2}{w^2}$
Pont $6 \times 200 \mu m^2$	$5,6 \cdot 10^{-8}$	586,4	$1,23 \cdot 10^{-8}$	$1,06 \cdot 10^{-7}$
Pont $4 \times 100 \mu m^2$	$1,13 \cdot 10^{-7}$	652,2	$6,0 \cdot 10^{-9}$	$1,08 \cdot 10^{-7}$
Pont $6 \times 150 \mu m^2$	$1,26 \cdot 10^{-7}$	229,3	$1,66 \cdot 10^{-7}$	$3,4 \cdot 10^{-7}$
Pont $8 \times 100 \mu m^2$	$2,2 \cdot 10^{-7}$	373	$3,2 \cdot 10^{-9}$	$9,2 \cdot 10^{-8}$

tableau 3-2: Résultats des mesures de conductances électriques sur différents ponts

suspendus et comparaison des mesures normalisées d'après la loi $G = \frac{12kwd}{t'}$ et $\frac{dR}{dT}$.

c) Vérification de la loi $G = \frac{12kwd}{t'}$ (3-10).

On cherche maintenant à vérifier que les mesures suivent la loi $G = \frac{12kwd}{t'}$ (3-10),

c'est à dire que la valeur normalisée $G \times \frac{t'}{w}$ est constante. Cependant, on ne mesure pas

directement $\frac{P}{\Delta T} = G$, mais $\frac{P}{\Delta R} = G / \frac{dR}{dT}$. Le résultat dépend alors du thermomètre $\frac{dR}{dT}$ utilisé, qui est propre à chaque échantillon. Si dR / dT évolue strictement selon un facteur géométrique d'un motif à l'autre, il n'influence pas le résultat. Mais cela n'est pas le cas et il faut tenir compte de l'écart entre le dR / dT mesuré et celui attendu d'après les dimensions du

motif, soit normaliser G en la divisant encore par $\left(\frac{dR}{dT} \right)_{\text{mesuré}} \times \frac{w}{t'}$.

Les valeurs de G normalisées reportées dans la dernière colonne du tableau 3-2 et la linéarité du tracé du rapport $G / (dR / dT)$ en fonction de w^2 / t'^2 sur la figure 3-16 montrent

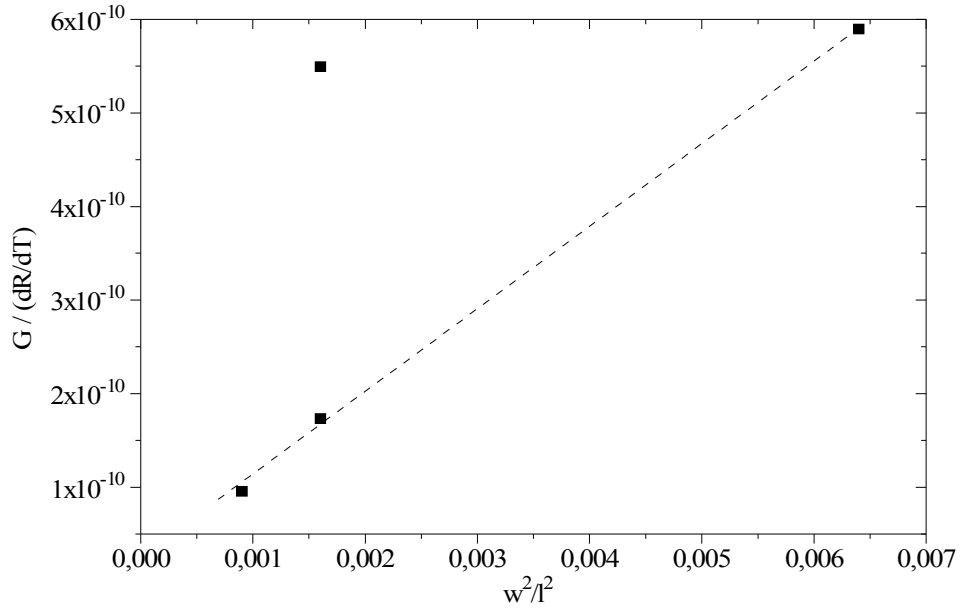


figure 3-16: Tracé du rapport $G / (dR/dT)$ en fonction du rapport w^2 / l^2 .

que l'accord est satisfaisant, excepté pour le pont $6 \times 150 \mu\text{m}^2$. Celui-ci était particulier puisque ses propriétés supraconductrices étaient dégradées lors de cette mesure. Sa résistance était beaucoup plus élevée que celle des autres ponts. Cela peut expliquer l'écart observé.

5 - Sensibilité optique.

a) *Calcul dans le cas d'un chauffage localisé sur une partie restreinte du pont.*

Afin de mieux comprendre le comportement électro-thermique des ponts, nous allons maintenant évaluer quelle sera l'élévation de température lorsqu'une partie restreinte du pont seulement reçoit la chaleur. C'est typiquement le cas d'un éclairage par un spot focalisé de diode laser.

L'équation (3-7) reste valable. Seule la fonction q , densité de chaleur, sera différente. Nous considérons un chauffage uniforme entre les deux abscisses x_1 et x_2 (figure 3-17). Le problème reste donc à une dimension, et est séparé en trois parties:

- de x_1 à x_2 (source de chaleur): $T = -\frac{q}{2k}x^2 + \alpha x + \beta$
- de $-l/2$ à x_1 : $T = \gamma x + \delta$
- de x_2 à $+l/2$: $T = \epsilon x + \eta$

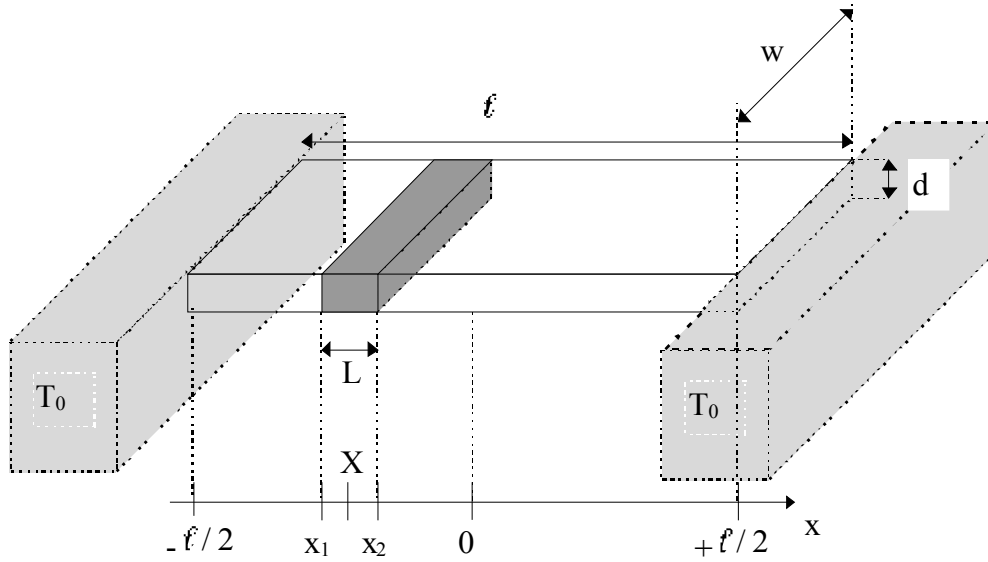


figure 3-17: Situation considérée lors d'un éclairage localisé à une partie restreinte du pont.

La condition $T = T_0$ pour $|x| = l/2$ restant valable, on obtient:

$$\overline{\Delta T} = \frac{q(x_1 - x_2)}{6 \times l k} (x_1 x_2 + x_1^2 + x_2^2 - \frac{3}{4} l^2) \quad (3-11)$$

Si P est la puissance totale déposée, on a cette fois $P = q \times w d \times (x_2 - x_1)$, soit

$$G = \frac{8 k w d l}{l^2 - \frac{4 \times (x_1 x_2 + x_1^2 + x_2^2)}{3}} \quad (3-12)$$

On peut chercher des variables plus faciles à utiliser pour la suite:

- L = largeur totale du spot lumineux ($L = x_2 - x_1$)
- X = position moyenne du spot lumineux ($X = \frac{x_1 + x_2}{2}$)

La conductance thermique s'exprime alors:

$G = \frac{8 k w d l}{l^2 - 4 X^2 - \frac{L^2}{3}} \quad (\text{en W / K}) \quad (3-13)$
--

b) Mesure du profil de réponse en fonction de la position du spot focalisé le long du pont.

La forme du spot de la diode laser et sa position sur le pont sont visualisées par une loupe binoculaire et une caméra CCD. Le spot n'a pas une forme circulaire idéale de diamètre 25 μm , mais allongée de largeur 25 μm et de longueur 500 μm environ. Pour les mesures,

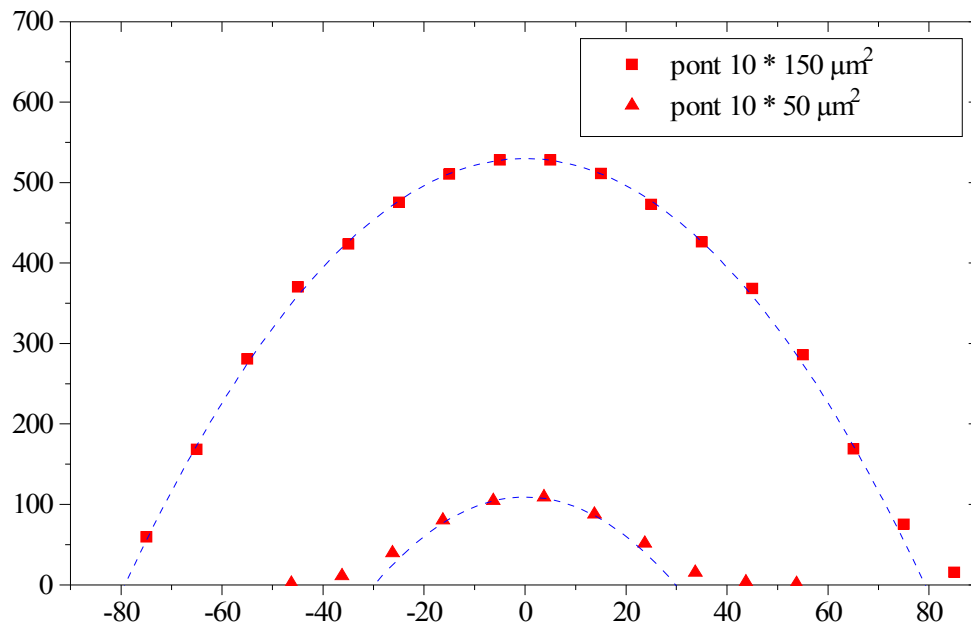


figure 3-18: Réponses optiques de deux ponts GIR de largeur 10 μm , et de longueurs 50 et 150 μm selon la position du spot de largeur 25 μm le long du pont et ajustements paraboliques selon la formule (3-13).

nous avons disposé ce spot allongé perpendiculairement au pont, ce qui correspond à la géométrie considérée en figure 3-17. Les réponses optiques mesurées à différentes positions X du spot de la diode laser le long du pont (déterminée par les graduations d'une vis micrométrique) sont reportées sur la figure 3-18. La formule (3-13) montre que la conductance thermique du système est inversement proportionnelle à X^2 . La réponse optique étant elle-même inversement proportionnelle à G, on cherche à ajuster le profil mesuré avec une parabole. L'accord est satisfaisant pour les deux ponts.

c) Sensibilité maximale mesurée avec le spot focalisé au centre des ponts.

Si nous déplaçons maintenant ce spot dans la direction perpendiculaire au pont, nous pouvons estimer la fraction de puissance effectivement reçue par le rapport entre le signal maximum et la somme des signaux en chaque point. Nous trouvons un rapport de 0,065 pour les ponts de longueurs 50 et 150 μm , et 0,06 pour le pont de longueur 100 μm . Les sensibilités maximales mesurées, avec le spot au centre des ponts et un courant de polarisation de 8,2 μA , sont rassemblées dans le tableau 3-3. Nous avons pu vérifier que les sensibilités sont multipliées par trois avec un courant de 24 μA .

La sensibilité du pont de longueur 150 μm est plus élevée que celle des ponts de longueurs 100 et 50 μm . D'après la formule $S = \frac{\Delta V}{\Delta P} = \frac{\eta I_{\text{DC}}}{G\sqrt{1+\omega^2\tau^2}} \times \frac{dR}{dT}$, les valeurs doivent suivre une loi en f^2 (puisque dR / dT et $1 / G$ sont proportionnels à f). Nous avons donc reporté dans la dernière colonne chaque valeur de sensibilité divisée par la longueur du pont au carré. L'accord, satisfaisant pour les ponts de longueurs 50 et 100 μm , ne l'est plus pour le pont 150 μm . Ce problème s'explique par l'incertitude sur l'évaluation de la fraction de puissance reçue par les ponts d'après la forme du spot. Recherchant plus une étude qualitative que quantitative, nous n'avons pas approfondi ces mesures. La sensibilité des détecteurs optimisés sera mesurée précisément par la suite sous irradiation d'un corps noir.

pont	Température (K)	Puissance reçue (W)	Sensibilité (V / W)	S / f^2 (V.W ⁻¹ . μm^{-2})
10 \times 50 μm^2	85	1,5 10^{-7}	107	42,8 10^{-3}
10 \times 100 μm^2	85,2	1,4 10^{-7}	385	38,5 10^{-3}
10 \times 150 μm^2	85	1,5 10^{-7}	568	25,2 10^{-3}

tableau 3-3: Sensibilités maximales mesurées avec le spot centré et un courant de 8,2 μA , évaluées sur les ponts de la série BOLO1.

6 - Bande passante.

a) Vérification de la loi τ proportionnel à f^2 .

Nous avons rappelé au chapitre 1 que la sensibilité d'un bolomètre polarisé en courant s'écrit:

$$S = \frac{\eta I_{\text{DC}}}{G\sqrt{1+\omega^2\tau^2}} \times \frac{dR}{dT} \quad (3-14)$$

où $\tau = \frac{C}{G}$ est la constante de temps de réponse, avec C la capacité calorifique et G la conductance thermique du bolomètre. Dans un premier temps, nous simplifions à nouveau le problème en considérant la tri-couche comme un matériau unique. La capacité calorifique C

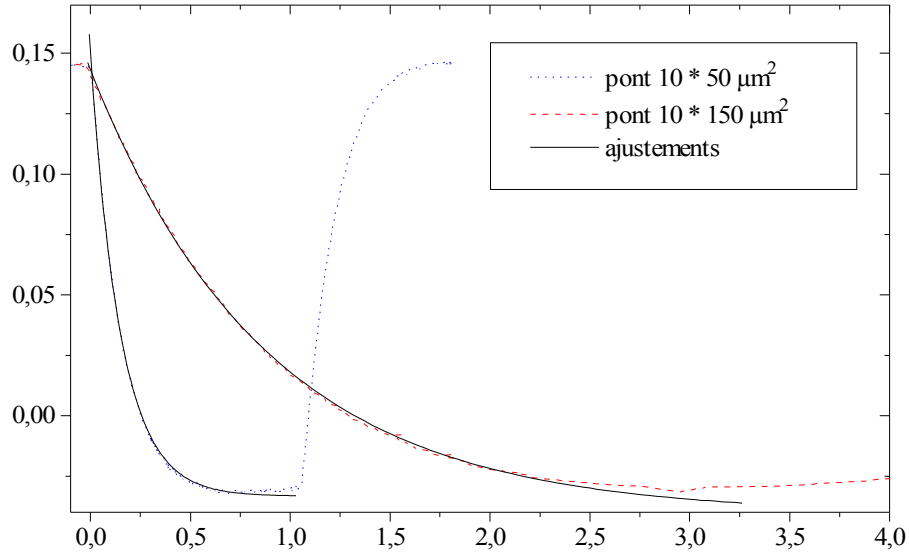


figure 3-19: Réponses temporelles à un échelon de lumière de deux ponts de largeur 10 µm et de longueurs 50 et 150 µm² (BOLO1) et leurs ajustements à des exponentielles décroissantes.

s'écrit alors $C = \rho \times c \times l^2 w$ et d'après la formule (3-10): $G = \frac{12kwd}{l^2}$, on obtient:

$$\tau = \frac{\rho \times c \times l^2}{12k} \quad (3-15)$$

Nous chercherons alors à vérifier que le temps de réponse τ est proportionnel à l^2 et indépendant de la largeur w . Nous étudierons la validité de la formule en fonction des constantes thermodynamiques des matériaux lors de la comparaison avec le pont SIMOX au paragraphe 7.

Si le bolomètre est soumis à un échelon de lumière (signal carré), sa réponse sera:

$$S = \frac{\eta \times I_{DC}}{G} \times \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right) \quad (3-16)$$

Sur la figure 3-19, nous avons reporté les réponses temporelles à un échelon de lumière de deux ponts de largeur 10 µm et de longueurs 50 et 150 µm². Par ajustement à des exponentielles décroissantes, nous mesurons des temps de réponse de 150 et 880 µs pour les ponts de longueurs 50 et 150 µm respectivement.

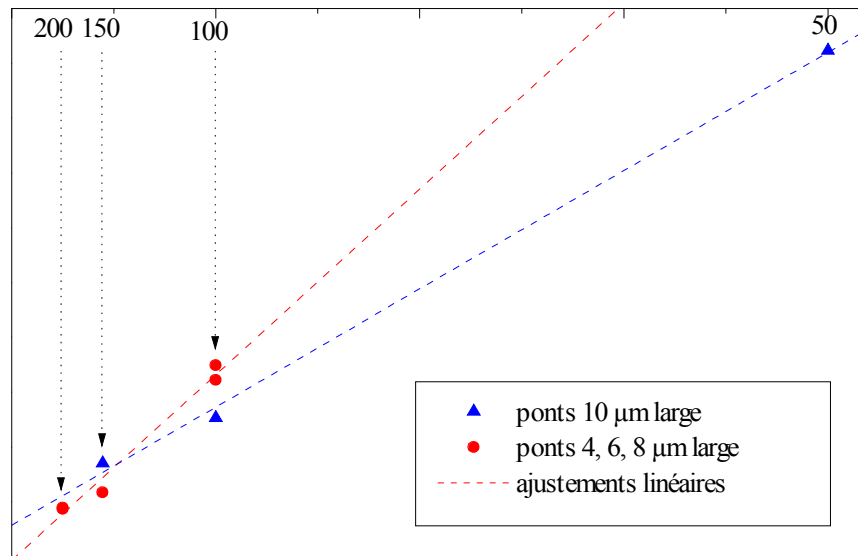


figure 3-20: Fréquence de coupure en fonction de l'inverse de la longueur des ponts au carré.

La constante de temps peut également être mesurée par détermination de la fréquence de coupure à -3 dB lors de l'excitation sinusoïdale de la diode laser. Elle s'exprime en fonction

de f_c par $\tau = \frac{1}{2\pi f_c}$. Les fonctions de transfert de différents ponts ont été enregistrées sur un analyseur de spectre HP3562A et sont reportées sur les figure 3-21 et figure 3-22. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 3-4.

Nous pouvons vérifier rapidement que les mesures en fréquences sont équivalentes aux mesures temporelles des constantes de temps de réponse. Les fréquences de coupure à -3 dB des ponts $10 \times 50 \mu\text{m}^2$ et $10 \times 150 \mu\text{m}^2$ sont 923 et 170 Hz. Les mesures temporelles donnent 1061 et 180 Hz. Ces valeurs sont plus élevées que celles mesurées sur les fonctions de transfert mais restent cohérentes.

largeur / longueur	50 μm	100 μm	150 μm	200 μm
4 μm		349 Hz		89 Hz
6 μm			117 Hz	87 Hz
8 μm		322 Hz		
10 μm	923 Hz	253 Hz	170 Hz	

tableau 3-4: Fréquences de coupure à -3 dB de ponts de différentes longueurs et largeurs.

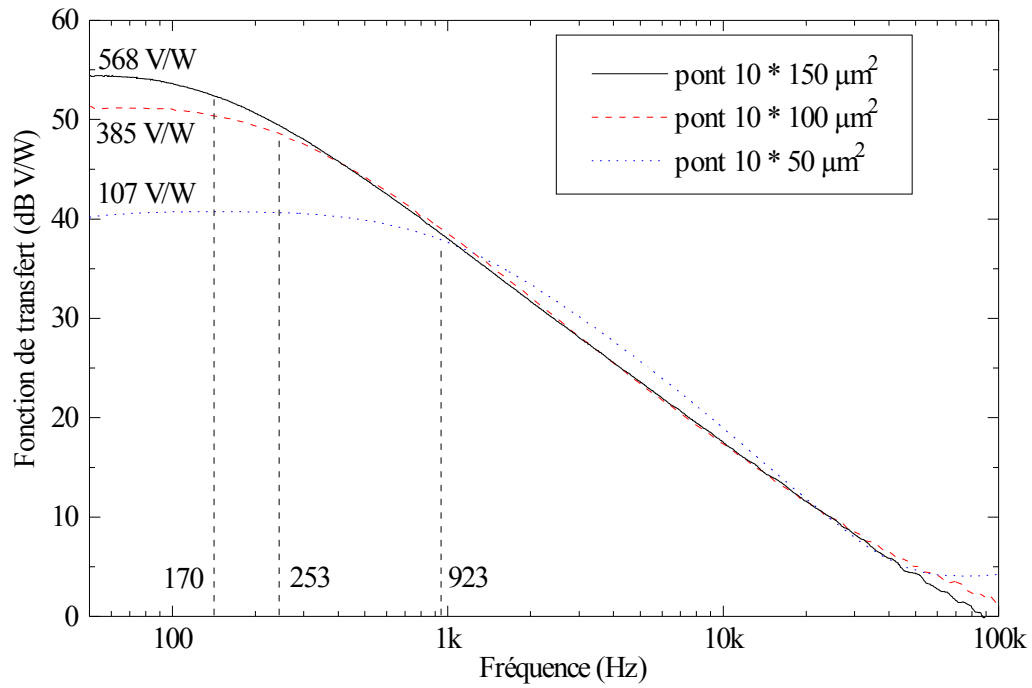


figure 3-21: Fonctions de transfert de trois ponts de largeur $10\ \mu\text{m}$ et de longueurs 50, 100 et $150\ \mu\text{m}$ (série BOLO1). Les niveaux des plateaux correspondent aux valeurs de sensibilités reportées dans le tableau précédent.

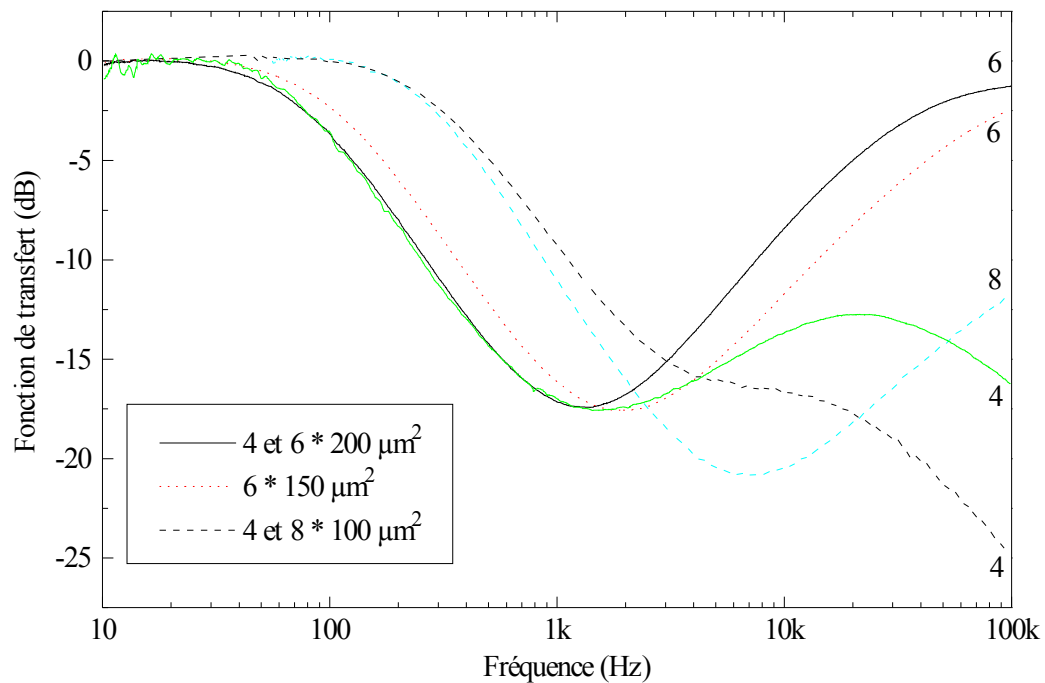


figure 3-22: Fonctions de transfert normalisées à 0 dB au plateau, mesurées sur des ponts de largeurs 4, 6 ou $8\ \mu\text{m}$ et de longueurs 100, 150 ou $200\ \mu\text{m}$ (série BOLO2)

Comme le montre la figure 3-20, la dépendance de la fréquence de coupure en $1 / \ell^2$, attendue d'après $\tau = \frac{C}{G}$, est effectivement vérifiée pour chaque série de mesures. Nous avons comparé les résultats série par série car les caractéristiques des ponts, notamment les épaisseurs relatives de chaque couche l'une par rapport à l'autre, semblent être différentes. Cela modifie les valeurs de conductivité et de chaleur massique de l'empilement et fausse ainsi la comparaison d'après les facteurs géométriques. Seule la valeur 170 Hz mesurée sur le pont $10 \times 150 \mu\text{m}^2$ est un peu trop élevée. On s'attend plutôt à 105 Hz. La série de mesures sur BOLO2 permet en plus de s'assurer que la fréquence de coupure est bien indépendante de la largeur.

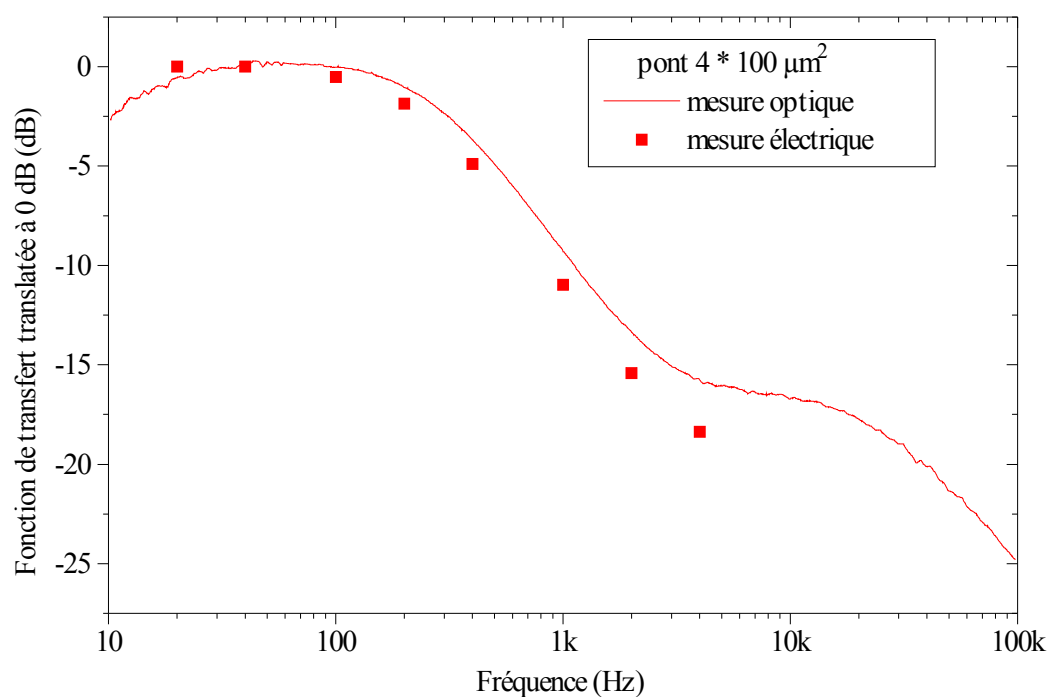
Remarque: influence de la réponse photovoltaïque du silicium.

Sur ces fonctions de transfert mesurées de façon optique, nous remarquons une remontée du signal dans les hautes fréquences, contraire à l'interprétation bolométrique. Cette observation a été faite également par une équipe allemande [126]. Cela s'explique simplement par la contribution du substrat de silicium qui absorbe la lumière de la diode laser à 788 nm. Nous mesurons en fait la tension aux bornes d'un système constitué de la mise en parallèle du pont qui nous intéresse et d'un élément photovoltaïque. Cette contribution du silicium est négligeable à basse fréquence, puisque le signal bolométrique du pont est dominant, mais est observée à partir de 1 kHz environ. Son amplitude dépend de la valeur de la résistance du pont et donc de la température. Ce signal est nul lorsque le pont est supraconducteur puisqu'il est alors court-circuité, et est plus important à la température ambiante. Il dépend également de la surface de silicium éclairée. Lors de la série de mesures sur BOLO1, le spot était plus focalisé que lors de la seconde. Nous observons effectivement la remontée de signal sur la figure 3-22 alors qu'elle n'existe pas sur la figure 3-21.

b) Mesures de la fréquence de coupure de façon électrique.

La mesure de bande passante consiste à injecter une puissance sinusoïdale dans le pont et mesurer sa tension à la fréquence de modulation correspondante. Nous l'avons mesurée jusqu'à présent de façon optique. Nous voulons comparer ces résultats à une mesure purement thermique, c'est à dire électrique. Dans le cas optique, le problème était facilité par l'utilisation de la diode laser qui fournit directement une puissance alternative lorsqu'elle est modulée par un courant sinusoïdal. La mesure dans le cas électrique est moins facile à mettre en œuvre

pont de longueur 100 μm et de largeur 4 μm



pont de longueur 100 μm et de largeur 8 μm

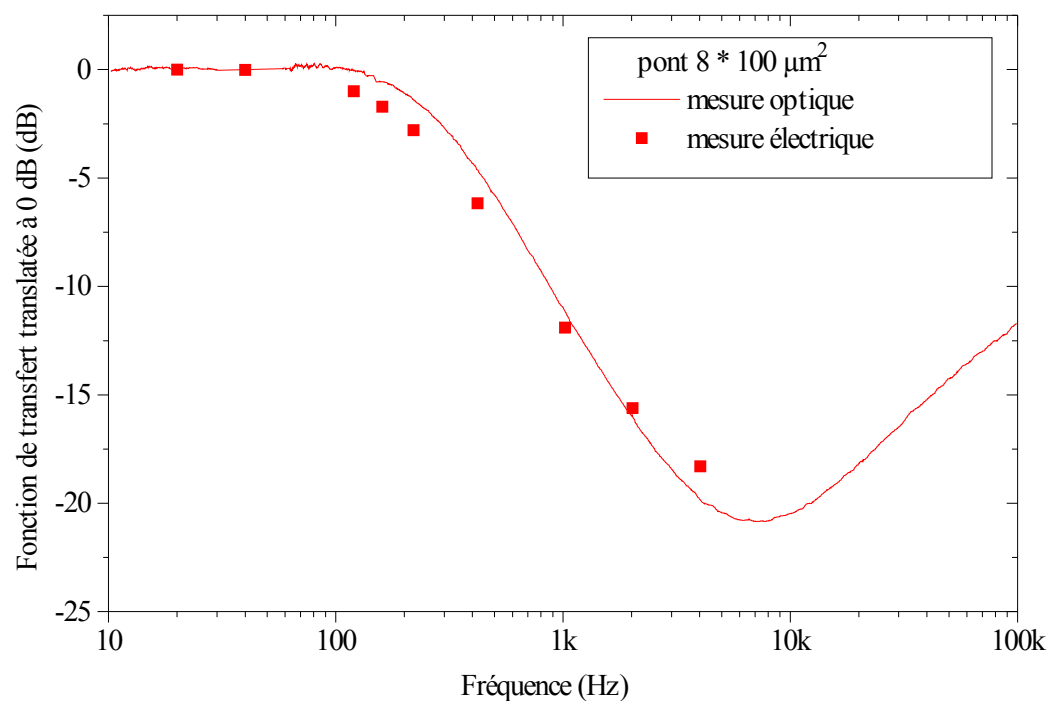


figure 3-23: Comparaison des deux méthodes de mesures: optique et électrique, sur deux exemples de la série BOLO2.

puisque la puissance alternative RI^2 n'est pas sinusoïdale lorsque le courant est sinusoïdal:

$$P = RI_0^2 \times \cos^2(\omega t) \quad (3-17)$$

Les variations de tension aux bornes du pont sont données par $V = RI_0 \times \cos(\omega t)$ où R varie en fonction du chauffage selon $R = R_0 + \Delta R$ avec $\Delta R = \alpha P$ (proportionnelle à la puissance); on obtient finalement:

$$V \approx \left[R_0 + \alpha \left((R_0 + \Delta R) \times I_0^2 \times \cos^2(\omega t) \right) \right] \times I_0 \times \cos(\omega t) \quad (3-18)$$

Le terme qui correspond à la coupure du chauffage électrique est donc le terme d'harmonique trois $\Delta R \times I_0^3 \times \cos^3(\omega t)$. Dans le cas du masque BOLO1, la résistance mesurée est la somme des résistances du pont et des lignes d'amenées. Le terme d'harmonique trois est alors dominé par la composante continue: $R_0 \times I_0^3 \times \cos^3(\omega t)$, et la chute de tension aux bornes du pont due à la coupure n'est pas mesurable. La mesure a été possible sur les échantillons de la série BOLO2 où la tension est mesurée au ras des ponts.

Nous avons injecté un courant de valeur efficace 3,5 et 4,1 μA dans deux ponts de longueur 100 μm et de largeurs 4 et 8 μm respectivement. L'amplitude de la troisième harmonique du signal aux bornes du pont est mesurée directement par un amplificateur à détection synchrone. Nous avons ensuite reporté les résultats sur les spectres de réponses en fréquence mesurés de façon optique, à la fréquence double de la celle du courant injecté puisqu'on se réfère à la fréquence de la puissance (figure 3-23). L'accord est alors satisfaisant.

c) Calcul de la fonction de transfert dans le cas d'un chauffage uniforme.

Nous considérons la structure définie à la figure 3-13. Nous avons déterminé par la formule (3-8) que la température le long du pont lors d'un éclairage homogène ou un chauffage électrique a un profil parabolique. Le cas où la température initiale est

$T_0 \left(\frac{t^2}{4} - x^2 \right) / \frac{t^2}{4}$, c'est à dire où le pont serait initialement uniformément chauffé, est traité à

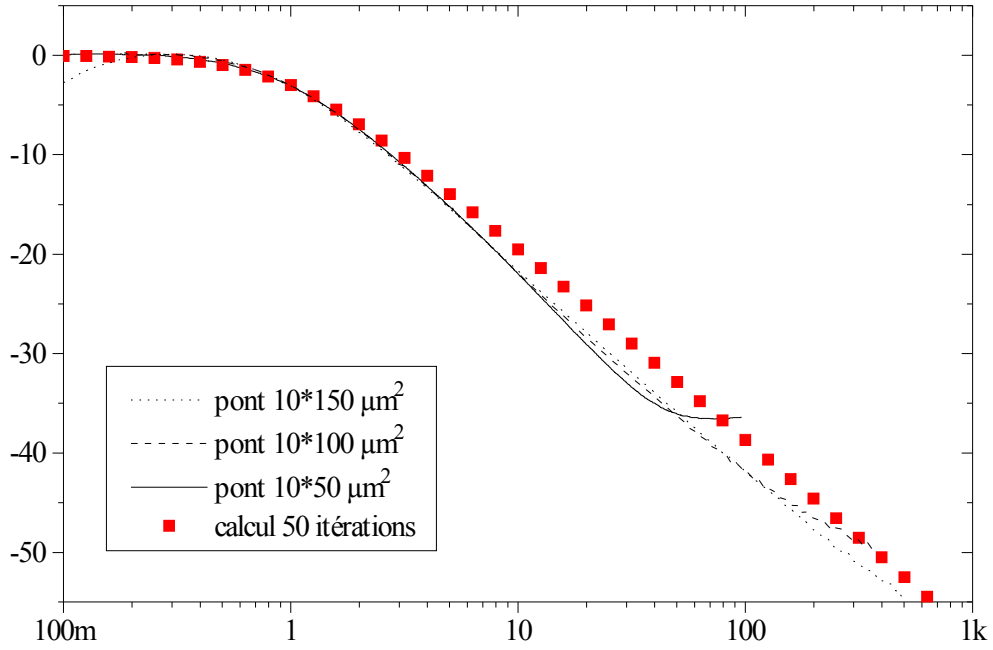
la page 98 du Carslaw & Jaeger [125]. La formule suivante donne l'évolution de la température en fonction du temps, à la position x :

$$T(x, t) = \frac{32 \times T(0)}{\pi^3} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{(2n+1)^3} \times \text{Exp} \left(- \frac{\kappa (2n+1)^2 \pi^2}{t^2} t \right) \times \cos \left(\frac{(2n+1)\pi x}{t} \right) \quad (3-19)$$

où $\kappa = \frac{k}{\rho c}$ est la diffusivité exprimée en m^2 / s ; k la conductivité en $W / (m \times K)$, ρ la masse

volumique en kg / m^3 et c la chaleur massique en $J / (kg \times K)$.

ponts de la série BOLO1



1. ponts de la série BOLO2

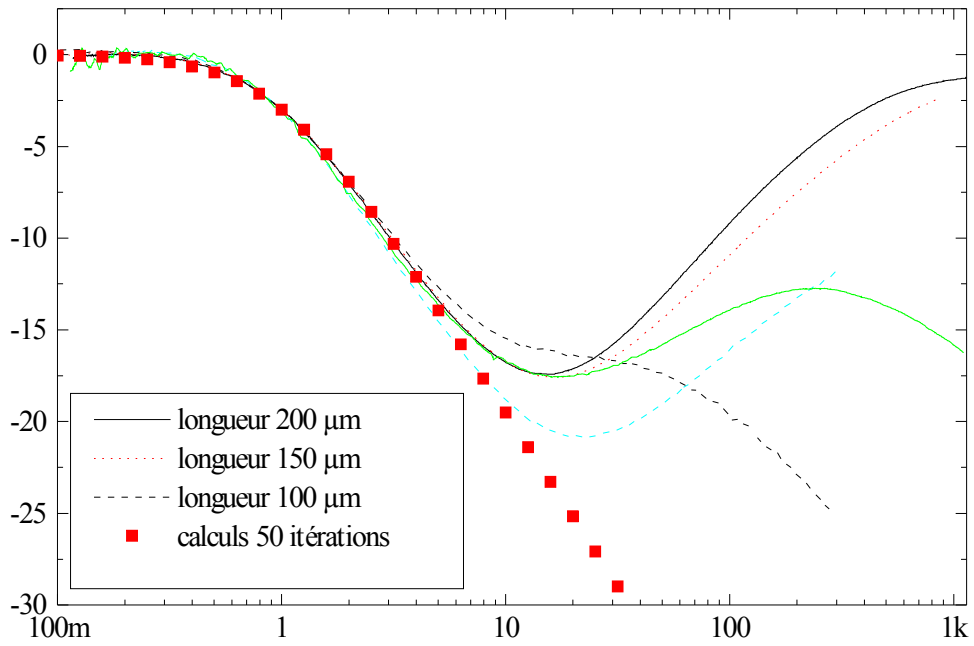


figure 3-24: Comparaison entre mesures des fonctions de transfert normalisées en fréquence

par la fréquence de coupure et calculs en fonction de $x_{\omega} = \frac{\omega f^2}{\kappa \pi^2}$.

Calculons la valeur moyenne en intégrant selon x entre $-\ell/2$ et $+\ell/2$:

$$\frac{\overline{T(t)}}{\overline{T(0)}} = \frac{96}{\pi^4} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^4} \times \text{Exp}\left(-\frac{\kappa(2n+1)^2 \pi^2 t}{\ell^2}\right) \quad (3-20)$$

Le cas traité est le cas où le pont est initialement chauffé et où l'on arrête le chauffage au temps $t=0$. Nous nous intéressons en fait au cas contraire, où l'on applique le chauffage au temps $t=0$. La réponse à un échelon homogène de puissance est donc:

$$S(t) = 1 - \frac{\overline{T(t)}}{\overline{T(0)}} = 1 - \frac{96}{\pi^4} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^4} \times \text{Exp}\left(-\frac{\kappa(2n+1)^2 \pi^2 t}{\ell^2}\right) \quad (3-21)$$

La transformée de Laplace de l'expression précédente, avec $\alpha = \frac{\kappa(2n+1)^2 \pi^2}{\ell^2}$, est:

$$S(s) = \frac{1}{s} - \frac{96}{\pi^4} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^4} \times \frac{1}{s + \alpha} \quad (3-22)$$

La fonction de transfert en fonction de s est $H(s) = \frac{S(s)}{E(s)}$ avec $E(s) = \frac{1}{s}$ (transformée d'un échelon $u(t)$). La réponse en fréquence s'exprime alors:

$$H(j\omega) = 1 - \frac{96}{\pi^4} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^4} \times \frac{j\omega(\alpha - j\omega)}{\omega^2 + \alpha^2} \quad (3-23)$$

Soit en module et en posant $x_\omega = \frac{\omega \ell^2}{\kappa \pi^2}$:

$$\begin{aligned} |H(x_\omega)|^2 = & \left(1 - \frac{96}{\pi^4} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^4} \times \frac{1}{1 + \left(\frac{(2n+1)^2}{x_\omega} \right)^2} \right)^2 \\ & + \left(\frac{96}{\pi^4} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \times \frac{1}{x_\omega} \times \frac{1}{1 + \left(\frac{(2n+1)^2}{x_\omega} \right)^2} \right)^2 \end{aligned} \quad (3-24)$$

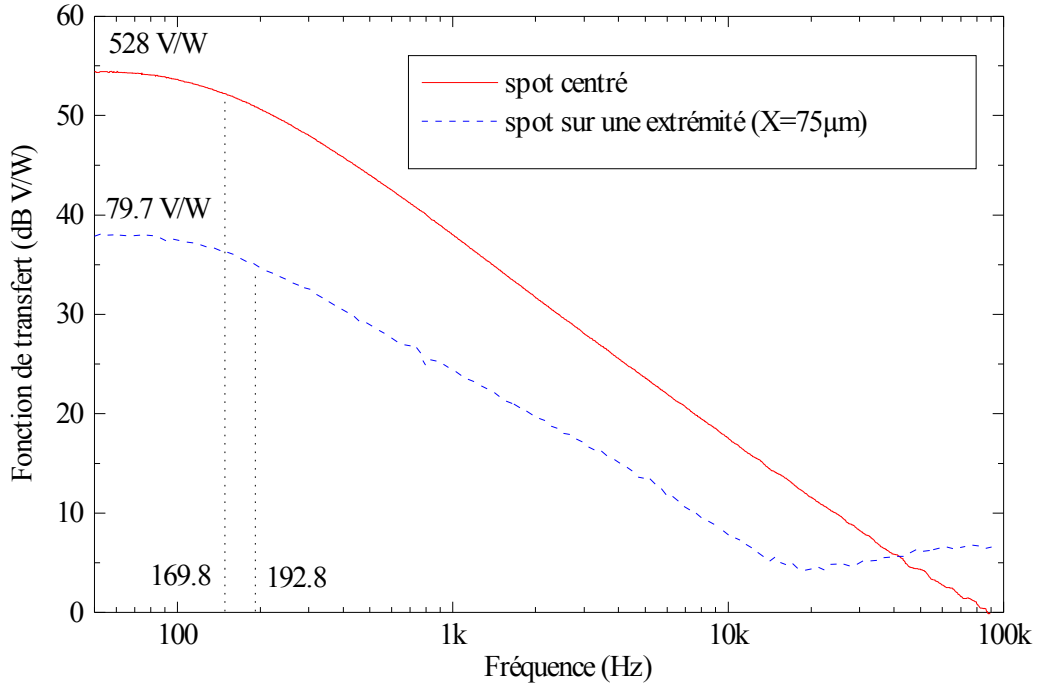


figure 3-25: Fonctions de transfert du pont $10 \times 150 \mu\text{m}^2$ selon la position du spot, au centre ou à une extrémité.

Pour chaque pont, la réponse en fréquence a été normalisée en abscisse par la fréquence de coupure. Sur la figure 3-24, nous avons reporté le calcul de la fonction de

transfert en fonction de la fréquence normalisée $x_\omega = \frac{\omega f^2}{\kappa \pi^2}$ d'après la formule (3-24). Lors des

mesures de la série BOLO1, le spot était plus focalisé que lors de la seconde. Cela peut expliquer le léger écart observé, puisque le calcul est fait dans le cas d'un chauffage uniforme, alors que l'accord est parfait pour la série BOLO2 avec le spot plus défocalisé. D'autre part, la coupure à -3 dB a lieu lorsque $x_\omega = 1$, ce qui correspond à l'expression de τ suivante:

$$\tau = \frac{1}{\omega_c} = \frac{\rho \times c \times l^2}{k \times \pi^2} \quad (3-25)$$

Cette formule est similaire à la formule (3-15) et démontre ainsi a posteriori que le pont suspendu peut être assimilé à un système du premier ordre.

Vérifions rapidement de façon qualitative que la réponse est plus rapide (fréquence de coupure plus élevée) lorsque le pont est éclairé sur une extrémité qu'à son centre (figure 3-25). Cela s'explique intuitivement par le chemin plus court que la chaleur doit parcourir pour s'évacuer.

7 - Evaluation des performances d'un pont SIMOX.

a) Introduction.

Jusqu'à présent, notre étude a porté sur l'influence de la longueur et de la largeur des ponts sur la conductance thermique et la constante de temps de réponse. La tri-couche était considérée comme un matériau unique et nous avons écarté toute considération sur l'influence des matériaux composant la membrane, le choix des matériaux et de leurs épaisseurs étant fixé par l'épitaxie de l'YBaCuO. Avec la technologie SIMOX, nous avons accès à une composition de membrane différente. Les structures GIR et SIMOX ne diffèrent que par la présence d'une couche de silicium d'épaisseur 150 nm sous l'YBaCuO et les couches tampons dans le cas SIMOX. Comme exposé dans le chapitre précédent, les problèmes de collage électrostatique rencontrés en fin de gravure humide par HF ont limité le nombre d'échantillons SIMOX réussis. Cependant, un pont suspendu de type SIMOX de largeur 10 μm et de longueur 100 μm a pu être entièrement caractérisé. Nous comparerons ses performances à un pont de dimensions identiques fabriqués par GIR et, dans les deux cas, nous chercherons à relier valeurs mesurées et attendues d'après les conductivités thermiques et les chaleurs spécifiques des matériaux [122].

Pour cette analyse, nous considérons les deux types de membranes décrites à la figure 3-26. Chaque couche est caractérisée par son épaisseur d_i , sa conductivité thermique k_i , sa chaleur spécifique c_i et sa masse volumique ρ_i . Les valeurs concernant le matériau CeO_2 étant proche de YSZ et son épaisseur étant faible, nous associons ces deux matériaux en considérant

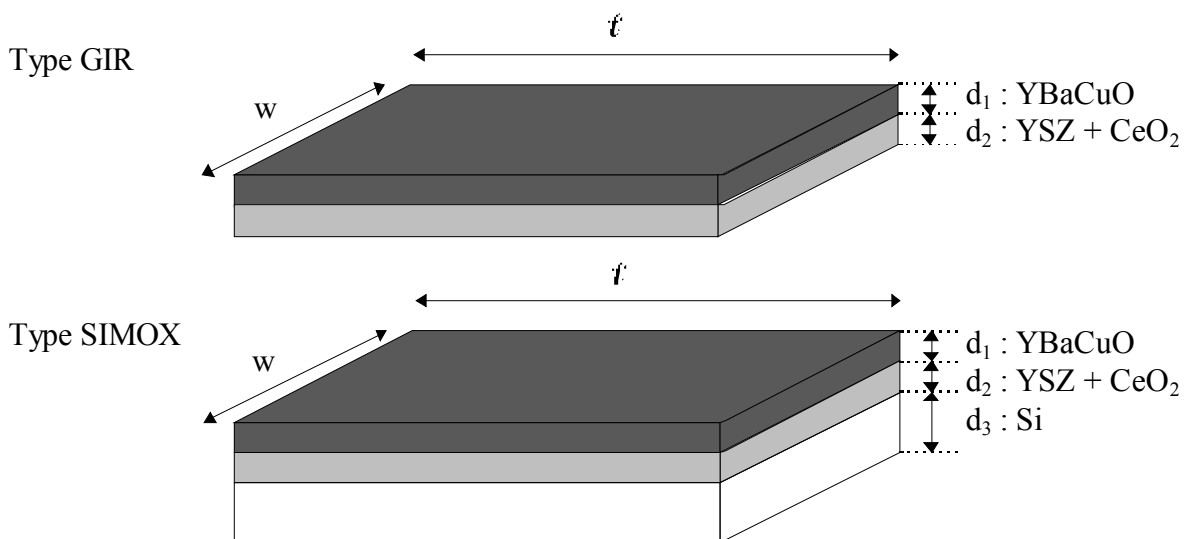


figure 3-26: Description des deux types de membranes considérées.

	Epaisseur r d _i (nm)	Conductivité thermique k _i (W.K ⁻¹ .m ⁻¹)	Chaleur spécifique c _i (J.K ⁻¹ .kg ⁻¹)	Masse volumique ρ _i (kg.m ⁻³)
1- YBaCuO (a,b)	40	9,1 ^(1,2)	186 ^(1,2)	6350 ^(1,2)
2- YSZ (+ CeO ₂)	80	1,2 ^(1,2)	125,4 ⁽³⁾	5850 ⁽²⁾
3- Si type n	150	500 ⁽³⁾	209 ⁽³⁾	2330 ⁽²⁾

tableau 3-5: Valeurs des paramètres considérés dans les calculs à 90 K d'après:

⁽¹⁾ Phelan [127]; ⁽²⁾ Langlois [38] et ⁽³⁾ Touloukian [128]

une épaisseur d'YSZ de 80 nm (somme de 70 nm et de 10 nm). Toutes les valeurs considérées dans les calculs sont rassemblées dans le tableau 3-5. Nous faisons toujours l'hypothèse que la chaleur ne s'évacue que dans le sens de la longueur. Nous pouvons donc considérer, compte tenu des valeurs des épaisseurs comparées à la longueur, qu'une section transverse du pont est isotherme.

b) Conductance thermique.

Par la formule (3-10), nous avons évalué précédemment la conductance thermique

d'une couche: $G_i = \frac{12k_i w d_i}{\ell}$. Puisqu'une section du pont est isotherme, la conductance de l'ensemble est constituée de la somme de la conductance de chaque couche:

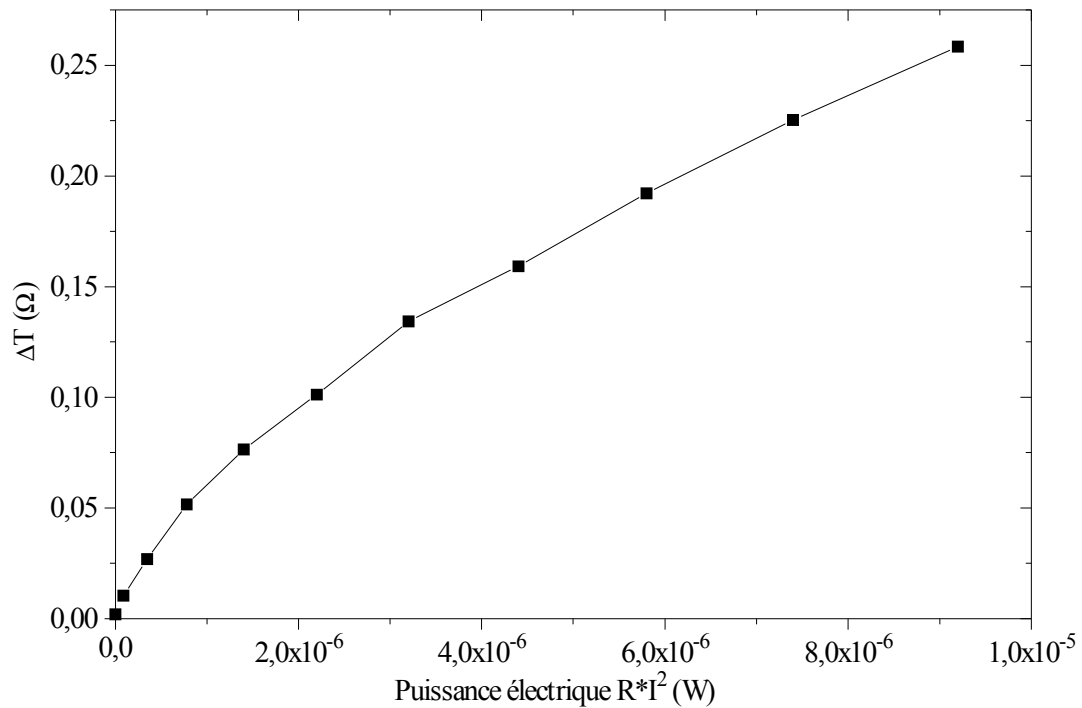
$$G = \frac{12w}{\ell} \times \sum_i k_i d_i \quad (3-26)$$

L'application numérique donne 5,5 10⁻⁷ W / K pour le pont GIR et 9 10⁻⁵ W / K. Le rapport G_{SIMOX} / G_{GIR} vaut 167.

Les mesures sur le pont SIMOX ont été réalisées de la même façon que sur les ponts de type GIR. La conductance thermique du pont SIMOX de largeur 10 μm, de longueur 100 μm est déterminée par l'inverse de la pente à l'origine de la caractéristique ΔT en fonction de RI² (figure 3-27). Malheureusement, cette mesure a été réalisée sur des motifs du masque BOLO1 où les prises de tension n'étaient pas encore placées au ras du pont. En conséquence, nous ne pouvons donner qu'une estimation de la conductance thermique: 2 10⁻⁵ W / K.

G (W / K)	pont GIR	pont SIMOX	rapport SIMOX/GIR
calculs	5,5.10 ⁻⁷	9.10 ⁻⁵	164
mesures	1,2.10 ⁻⁷	2.10 ⁻⁵	167

tableau 3-6: Comparaison des calculs et des mesures de conductances thermiques en W / K.



*figure 3-27: Elévation de température en fonction de la puissance dans le cas du pont SIMOX
 $10 \times 100 \mu m^2$.*

Le tableau 3-6 rassemble les calculs et les mesures de conductance thermique pour les deux ponts. La présence du silicium entraîne une augmentation de conductance thermique de 167. La seconde constatation est que, dans les deux cas, la valeur mesurée est de l'ordre de 4,5 fois plus grande que celle attendue. Cela indique que les valeurs de conductivité thermique réelle des matériaux sont plus faibles que les valeurs considérées d'après les références [38, 127, 128]; cela peut provenir de défauts dans les matériaux. Cette hypothèse est assez probable dans la mesure où les films d'YBaCuO et d'YSZ subissent des contraintes. De plus, la couche supérieure de silicium du substrat SIMOX a de fortes chances d'être dégradée puisqu'elle a subi une implantation d'oxygène puis un recuit de recristallisation. L'écart entre la mesure et les calculs étant du même ordre de grandeur, les rapports calculés et mesurés correspondent bien. Cela montre alors que, compte tenu de l'incertitude sur les mesures de G , évaluées sur des motifs BOLO1, et sur les valeurs réelles de conductivité thermique des matériaux utilisés, l'augmentation de conductance observée s'explique bien par l'écart relatif entre la conductivité thermique d'une structure avec et sans silicium.

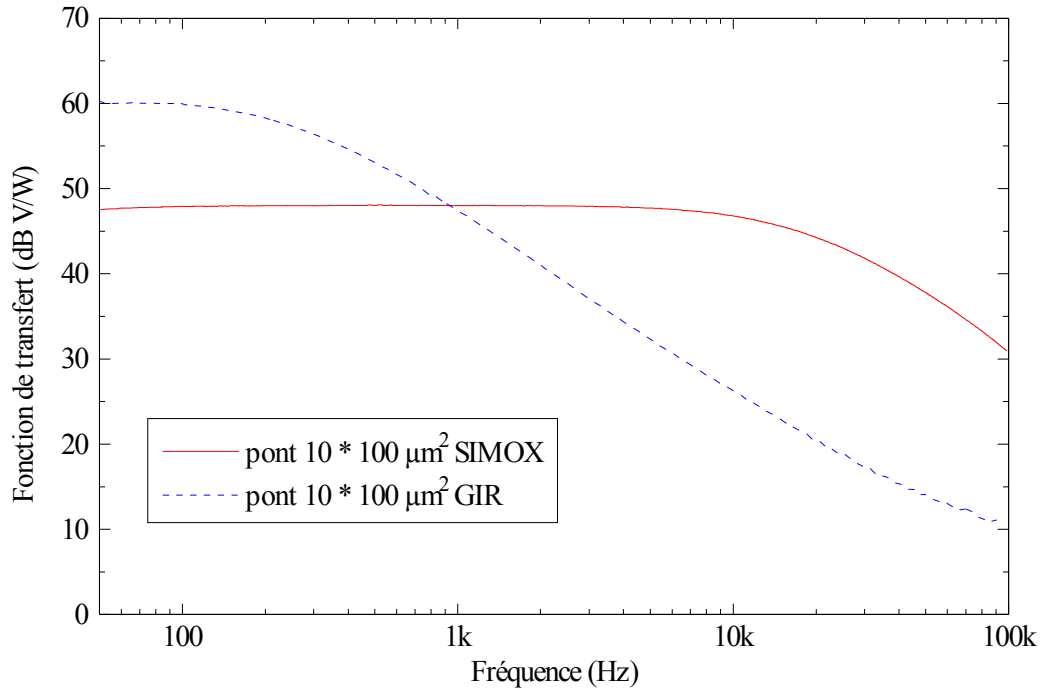


figure 3-28: Comparaison de la fonction de transfert de ponts GIR et SIMOX de mêmes dimensions $10 \times 100 \mu\text{m}^2$.

c) Constante de temps de réponse τ .

A partir de l'expression de la conductance thermique (formule 3-26) et puisque la capacité calorifique de l'ensemble de la structure est la somme de la capacité calorifique de chaque couche, la constante de temps de réponse s'écrit:

$$\tau = \frac{C}{G} = \frac{f^2}{12} \times \frac{\sum_i \rho_i c_i d_i}{\sum_i k_i d_i} \quad (3-27)$$

L'application numérique donne 191 μs pour GIR et 2,2 μs pour SIMOX, et un rapport $\tau_{\text{GIR}} / \tau_{\text{SIMOX}}$ égal à 87.

Les fonctions de transfert des ponts SIMOX et GIR de largeur 10 μm et de longueur 100 μm sont reportées sur la même figure 3-28. Les niveaux des plateaux correspondent aux sensibilités mesurées pour un même courant de polarisation de 8,2 μA . Nous mesurons alors une fréquence de coupure de 19 kHz, correspondant à une constante de temps de 8 μs . Les résultats sont rassemblés dans le tableau 3-7.

τ (μs)	pont GIR	pont SIMOX	rapport τ_{GIR}/τ_{SIMOX}
calculs	191,9	2,0	97,4
mesures (spot focalisé)	629	8,4	75
mesures ramenées à un chauffage uniforme	450	6	75

tableau 3-7: Comparaison des calculs et des mesures de constantes de temps de réponse en μs

Les constantes de temps ont été mesurées sous irradiation d'un spot focalisé centré. D'après les formules (3-10) et (3-13) avec $X = 0$ et $L = 25 \mu m$, la relation entre la conductance G , mesurée par chauffage uniforme électrique et la conductance apparente G_{opt} , intervenant dans la mesure avec un spot focalisé est $G = 1,4 \times G_{opt}$. Le calcul met en jeu la conductance lors d'un chauffage uniforme. Pour relier la mesure de constante de temps aux calculs, il faut donc diviser la mesure par 1,4 ($\tau = \tau_{opt} / 1,4$). Comme dans le cas de la conductance thermique, l'accord entre les rapports mesuré et calculé est satisfaisant. Cependant, chaque valeur calculée est plus faible que la mesure, indiquant que la capacité calorifique réelle de la structure est plus grande que celle calculée. En effet, les valeurs de masse volumique reportées dans le tableau 3-5 pour YSZ et Si sont celles de ZrO_2 et Si non dopés. Il est donc probable que les valeurs réelles des masses volumiques de YSZ et silicium dopé soit plus élevées.

d) Sensibilité optique et électrique

Au chapitre 1, nous avons défini les conditions d'emballement thermique dans le cas d'une polarisation en courant:

$$G - I^2 \times \frac{dR}{dT} < 0 \quad (3-28)$$

Le courant où se produit l'emballement thermique est donc:

$$I_{\text{emballement}} = \sqrt{\frac{G}{dR / dT}} \quad (3-29)$$

Afin de comparer les sensibilités des deux structures, nous devons les polariser dans des conditions identiques vis à vis de leur emballement thermique. Nous choisissons de polariser chaque pont à un courant I_0 défini par Verghese [34] comme $I_0 = \sqrt{0,3} \times I_{\text{emballement}}$. Dans le tableau 3-8, nous avons reporté les valeurs de courant d'emballement que nous ne devons pas

	$dR / dT (\Omega / K)$	$I_{\text{emballement}}$	$I_0 = \sqrt{0,3} \times I_{\text{emballement}}$
pont GIR	113,4	32,5 μA	17,8 μA
pont SIMOX	386,5	228 μA	125 μA
SIMOX/GIR	3,4	7,1	7,1

tableau 3-8: Courant d'emballement thermique et courant de polarisation préconisé par Verghese [34].

dépasser, ainsi que le courant de polarisation I_0 permettant d'étudier chaque pont dans les mêmes conditions vis à vis de l'emballement thermique. A 8,2 μA , la sensibilité optique du pont SIMOX, mesurée avec un spot focalisé au centre du pont est 28,8 V / W. Nous pouvons donc déduire que la sensibilité du SIMOX à 200 μA vaut 702 V / W. Nous rappelons que celle du GIR est 385 V / W pour 8,2 μA .

Par comparaison avec la sensibilité électrique $S_{\text{elec}} = \frac{I}{G} \times \frac{dR}{dT}$, nous pouvons évaluer l'absorption de chaque structure à $\lambda = 788$ nm. De la même façon que pour les constantes de temps de réponse, nous ramenons la mesure avec un spot focalisé à un chauffage uniforme par $G = 1,4 \times G_{\text{opt}}$. Et, puisque la sensibilité optique s'écrit:

$$S_{\text{elec}} = \frac{I \times \eta}{G_{\text{opt}}} \times \frac{dR}{dT} \quad (3-30)$$

L'absorption η est égale au rapport $\frac{S_{\text{opt}}}{1,4 \times S_{\text{elec}}}$. Elle est estimée à 13 % dans le cas SIMOX et 3,5 % dans le cas GIR (à $\lambda = 788$ nm). La valeur plus élevée obtenue dans le cas SIMOX est due à la contribution du silicium dans l'absorption totale.

	Sensibilité optique à 8,2 μA	Sensibilité électrique à 8,2 μA d'après G mesurée	Sensibilité optique à I_0	Sensibilité électrique à I_0
pont GIR	385 V / W	7749 V / W	836 V / W	16821 V / W
pont SIMOX	28,8 V / W	158,5 V / W	439 V / W	2416 V / W
SIMOX/GIR	0,075	0,020	0,525	0,144

tableau 3-9: Résumé des sensibilités optiques et électriques.

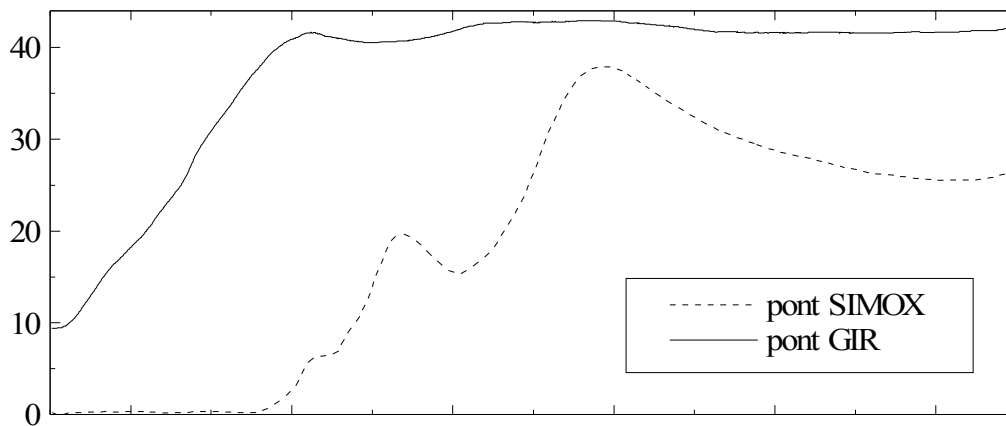


figure 3-29: Calculs de la transmission et de la réflexion des deux types de structures.

A partir de l'expression des coefficients de réflexion R et de transmission T d'un champ électromagnétique à l'interface de deux milieux d'indices différents, nous avons calculé l'absorption A des deux types de structures ($A = 100 - R - T$). Nous avons utilisé un logiciel écrit par Amal Chabli (LETI / DOPT / SCPM) et des fichiers d'indices optiques couvrant les longueurs d'onde 0,25 à 0,85 μm . Certains indices proviennent de mesures par ellipsométrie réalisées par François Bertin (LETI / DOPT / SCPM). Les résultats sont reportées à la figure 3-29. A 788 nm, nous calculons une absorption de 11% dans le cas GIR et 70 % dans le cas SIMOX. L'écart entre les calculs et les mesures peut signifier que l'on fait une erreur sur l'estimation de la puissance reçue de la diode laser, c'est à dire que l'on sous estime les sensibilités optiques. D'autre part, si on mesure 3,5 % dans le cas GIR, on devrait mesurer 22,3 % dans le cas SIMOX, si on respecte le même écart que celui calculé (11% comparé à 70 %). Toutes ces incohérences peuvent s'expliquer à nouveau par la différence entre l'indice du silicium considéré dans le calcul, et celui du SIMOX. Ces calculs confirment tout de même le fait que le silicium de la membrane SIMOX entraîne une augmentation de l'absorption.

e) *Facteur de qualité Q.*

La couche de silicium provoque une diminution du temps de réponse de 75, mais également une perte en sensibilité électrique de 6,9. Pour cette comparaison, les ponts sont placés dans les mêmes conditions vis à vis de leur emballage thermique, c'est à dire à un courant de polarisation I_0 . Afin de comparer les performances dans leur ensemble, nous définissons un facteur de qualité Q, comme le produit de la sensibilité électrique par la bande passante, soit:

$$Q = \frac{I}{G} \times \frac{dR}{dT} \times \frac{1}{\tau} \quad (3-31)$$

Si on considère le rapport du facteur de qualité du SIMOX par rapport à GIR, au courant de polarisation $I_0 = \sqrt{0,3 \times \frac{G}{dR/dT}}$, on obtient:

$$\frac{Q_{SIMOX}}{Q_{GIR}} = \sqrt{\frac{G_{GIR}}{G_{SIMOX}}} \times \frac{dR_{SIMOX}/dT}{dR_{GIR}/dT} \times \frac{\tau_{GIR}}{\tau_{SIMOX}} \quad (3-32)$$

soit,

$$\frac{Q_{SIMOX}}{Q_{GIR}} = \sqrt{\frac{dR_{SIMOX}/dT}{dR_{GIR}/dT}} \times \sqrt{1 + \frac{k_3 d_3}{k_1 d_1 + k_2 d_2}} \times \frac{1}{1 + \frac{\rho_3 c_3 d_3}{\rho_1 c_1 d_1 + \rho_2 c_2 d_2}} \quad (3-33)$$

avec 1, 2 et 3 représentant YBaCuO, YSZ et Si comme décrit sur la figure 3-26.

L'application numérique donne 14 et la mesure 10,74. Il est intéressant de constater que la présence de la couche de silicium apporte une amélioration globale des performances d'un ordre de grandeur. En fait, la baisse de sensibilité attendue d'après l'augmentation de G de 167 dans le cas SIMOX, est compensée en grande partie par le plus grand courant de polarisation utilisable. Dans notre cas, la sensibilité électrique au courant I_0 est réduite de 6,9 seulement, et la constante de temps de réponse est réduite d'un facteur 75.

La technologie SIMOX permet donc de réduire la constante de temps de réponse, en fonction de l'épaisseur de silicium, sans que la sensibilité soit réduite dans la même proportion. Cette propriété a été démontrée sur les caractéristiques électro-thermiques de la structure SIMOX et est indépendante de la longueur d'onde incidente.

Conductance thermique G	Constante de temps de réponse τ	Sensibilité électrique à 200 μ A	Sensibilité optique à 200 μ A
210^{-5} W / K	8 μ s	3866 V / W	702 V / W

tableau 3-10: Résumé des caractéristiques du pont $10 \times 100 \mu m^2$ SIMOX

f) Considérations générales sur le choix du troisième matériau.

Tout notre travail sur les structures suspendues a pour origine la croissance des films d'YBaCuO épitaxiés sur silicium. Nous considérons donc que les deux premiers matériaux, YBaCuO et CeO₂ / YSZ, sont entièrement déterminés par l'épitaxie des films. La seule liberté que nous ayons dans la composition de la membrane est l'ajout d'un troisième matériau. Nous pouvons alors définir des critères de sélection basés sur ses propriétés thermodynamiques. L'analyse de la formule (3-33) montre que les performances de la structure suspendue seront meilleures si on ajoute un troisième matériau de grande conductivité thermique k_3 et de petite capacité calorifique $\rho_3 c_3$. Le matériau doit alors présenter un rapport $k_3 / \rho_3 c_3$ le plus grand possible. Le choix du matériau n'est pas illimité puisqu'il doit en premier lieu être compatible avec la technologie utilisée. Nous prenons trois exemples de matériaux: YSZ, Si₃N₄ et SiO₂, que nous avons envisagés dans la technologie KOH, exposée au chapitre 2. La troisième couche se trouve alors au dessus de YBaCuO / CeO₂ / YSZ, mais l'analyse reste la même. Les rapports des facteurs de qualité calculés par la formule (3-33) pour une épaisseur de troisième couche de 150 nm sont reportés dans le tableau 3-11. Le silicium est en effet un bon candidat puisque c'est lui qui possède le rapport $k / \rho c$ le plus élevé. L'ajout du silicium entraîne une amélioration du facteur de qualité Q d'un ordre de grandeur, alors qu'on ne prévoit pas d'amélioration considérable avec les autres matériaux. Cela nous indique, que des ponts suspendus YBaCuO fabriqués par gravure KOH auraient des performances globalement identiques à celles fabriquées par GIR, avec l'inconvénient d'une technologie plus compliquée. Les technologies GIR et SIMOX sont donc les plus intéressantes.

3 ^{ème} couche (150 nm)	k (W.K ⁻¹ .m ⁻¹)	ρ (kg.m ⁻³)	c (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	$k / \rho c$ (W.m ² .J ⁻¹)	Q / Q_{GIR}
Si à 90 K	500	2330	209	10 ⁻³	14,0
Si ₃ N ₄ à 300 K	50	3440	836	1,74 10 ⁻⁵	1,5
SiO ₂ à 90 K	6	2650	229,9	9,8 10 ⁻⁶	1,7
YSZ à 90 K	1,2	5850	125,4	1,6 10 ⁻⁶	1,07

tableau 3-11: Propriétés thermodynamiques et rapport des facteurs de qualité pour chacun des matériaux considérés.

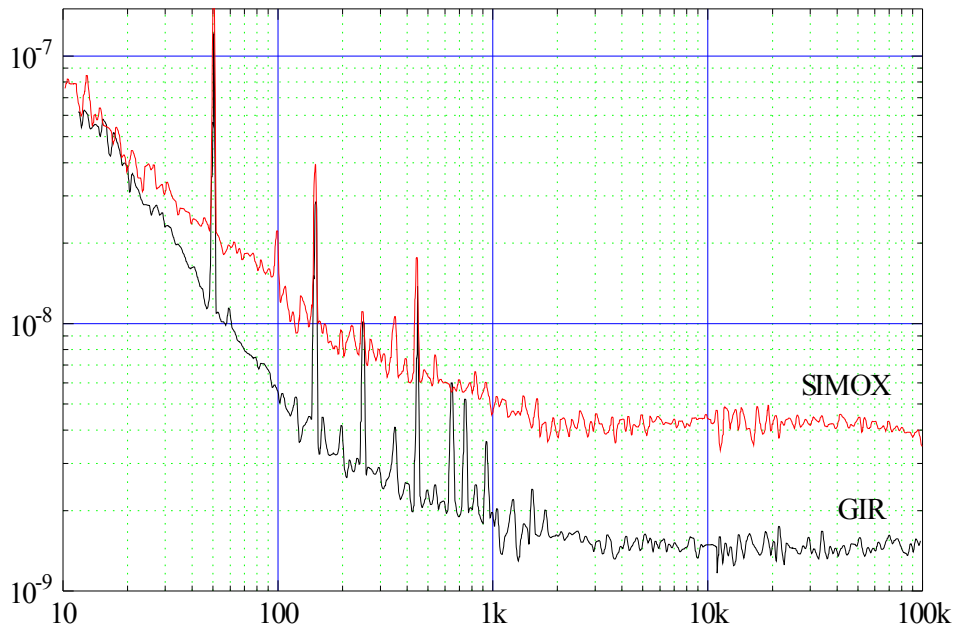


figure 3-30: Exemples de spectres de bruit mesurés, avec un courant de polarisation $I_{DC} = 0$ μA , sur deux ponts $10 \times 100 \mu m^2$, l'un de type GIR (bruit blanc = $1,4 \text{ nV} / \sqrt{\text{Hz}}$), l'autre de type SIMOX (bruit blanc = $4,3 \text{ nV} / \sqrt{\text{Hz}}$).

Ponts	T (K)	R (Ω)	I_{DC} (μA)	bruit détecteur ($\text{nV} / \sqrt{\text{Hz}}$)	$e_j = \sqrt{4k_B TR}$ ($\text{nV} / \sqrt{\text{Hz}}$)	$\sqrt{e_j^2 + e_p^2}$ ($\text{nV} / \sqrt{\text{Hz}}$)
$10 \times 50 \mu m^2$	85	101,9	0	1,0	0,69	-
$10 \times 100 \mu m^2$	85,2	244	0	1,07	1,07	-
$10 \times 150 \mu m^2$	84,7	369	0	1,3	1,31	-
$6 \times 200 \mu m^2$	83,3	581,2	0,82	1,92	1,63	2
$4 \times 100 \mu m^2$	84,1	340	1,66	3,37	1,26	2,4
$6 \times 150 \mu m^2$	79,6	1666	0	3,2	2,70	-
$10 \times 100 \mu m^2$ SIMOX	88,7	1275	0	4,2	2,50	-

tableau 3-12: Bruit blanc mesuré sur les ponts et comparaison au bruit de Johnson et de phonons.

8 - Mesures du bruit.

Pour chacun des ponts GIR et SIMOX, le bruit a été mesuré sans modulation optique à la sortie de l'amplificateur et ramené à l'entrée en divisant par le gain A de la chaîne de réception ($A = 1000$). Nous avons reporté sur la figure 3-30 deux exemples de spectre que nous avons mesurés sur des ponts $10 \times 100 \mu\text{m}^2$ de type GIR et SIMOX. Les spectres comportent tous une zone de bruit en $1/f$, et une zone de bruit blanc au delà de 1 kHz. Nous étudierons le bruit en $1/f$ des méandres au paragraphe V; nous ne nous intéresserons ici qu'à la nature du bruit blanc.

Le bruit mesuré en sortie de la chaîne de réception est la somme quadratique du bruit du détecteur et de la tension équivalente de bruit du préamplificateur ($e_{\text{nampli}} = 0,9 \text{ nV} / \sqrt{\text{Hz}}$). La densité spectrale de bruit blanc du détecteur est donc:

$$e_{\text{n détecteur}} = \sqrt{\left(\frac{e_{\text{n mesuré}}}{A}\right)^2 - e_{\text{n ampli}}^2} \quad (3-34)$$

Dans le tableau 3-12, nous avons reporté les mesures de bruit blanc des ponts, déduites de la formule (3-34), que nous comparons aux deux sources de bruit a priori majoritaires:

- le bruit de Johnson: $e_j^2 = 4k_B TR$
- le bruit de phonons: $e_p^2 = 4k_B T^2 GS^2$

où S est la sensibilité électrique: $S = \frac{I}{G} \times \frac{dR}{dT}$. Les trois premières mesures, réalisées à courant nul sur des ponts de largeur $10 \mu\text{m}$, s'expliquent parfaitement par la contribution du bruit de Johnson. Le bruit mesuré sur le pont SIMOX et sur le pont $6 \times 150 \mu\text{m}^2$, également à courant nul, est plus élevé que le bruit de résistance. Nous pouvons expliquer cela par une dégradation de la qualité du film, qui induit un bruit excédentaire. Dans les deux cas de courant non nul, nous avons reporté le calcul de la somme quadratique $\sqrt{e_j^2 + e_p^2}$, les deux sources de bruit étant statistiquement indépendantes. Calculs et mesures sont en accord sur le pont $6 \times 200 \mu\text{m}^2$, alors qu'ils ne le sont pas sur le pont $4 \times 100 \mu\text{m}^2$.

En conclusion, le bruit mesuré s'explique par les contributions des bruits de Johnson et de phonons, souvent additionnés d'un bruit excédentaire lié à la qualité du film d'YBaCuO.

9 - Résumé des performances optiques: sensibilité, NEP et détectivité.

D'après les mesures de bruit précédentes, nous pouvons déduire les NEP optiques et détectivités des ponts dont on a mesuré la sensibilité (BOLO1). Le bruit est mesuré à une fréquence juste inférieure à la fréquence de coupure. La détectivité D^* est calculée en considérant une surface éclairée circulaire de diamètre 25 μm . La mesure de ces caractéristiques ne faisaient pas partie des objectifs de cette étude préliminaire sur les ponts. Nous les reportons pour avoir déjà une idée des performances que l'on pourra atteindre avec des détecteurs de géométrie optimisée. Les valeurs $D^* / \sqrt{\tau}$ sont néanmoins au niveau des meilleurs résultats publiés sur les bolomètres supraconducteurs (chapitre 1). Tous les résultats sont comparés à la littérature au paragraphe VI de ce chapitre.

Ponts	Constante de temps τ (μs)	Sensibilité optique V / W à 24,6 μA	Bruit nV / $\sqrt{\text{Hz}}$ à 900 Hz	NEP optique pW / $\sqrt{\text{Hz}}$ à 900 Hz	Détectivité D^* cm $\sqrt{\text{Hz}}$ / W à 900 Hz	$D^* / \sqrt{\tau}$ cm / J à 900 Hz
$10 \times 50 \mu\text{m}^2$	172	321	1,7	5,3	$4,7 \cdot 10^8$	$3,6 \cdot 10^{10}$
$10 \times 100 \mu\text{m}^2$	629	1155	2,8	2,4	$1,0 \cdot 10^9$	$4,0 \cdot 10^{10}$
$10 \times 150 \mu\text{m}^2$	936	1704	3	1,8	$1,4 \cdot 10^9$	$4,6 \cdot 10^{10}$
$10 \times 100 \mu\text{m}^2$ SIMOX	8,4	702	11	17	$1,5 \cdot 10^8$	$5,2 \cdot 10^{10}$

tableau 3-13: Résumé des performances en détection à 788 nm des ponts de la série BOLO1.

10 - Conclusion sur l'étude des ponts suspendus.

La confrontation systématique des mesures aux calculs selon le modèle thermique a montré la validité des expressions de conductance thermique (3-10) et (3-13), et de bande passante (3-15) et (3-24). D'autre part, et à condition qu'on ne dépasse pas le courant d'emballage thermique, les ponts se sont montrés robustes et stables dans le temps. Tous ces résultats sont satisfaisants et nous permettent d'envisager la fabrication d'un détecteur de géométrie optimisée.

IV -Mesures en polarisation en tension.

1 - Etude de l'emballlement thermique.

a) Principe de la polarisation en tension.

Jusqu'à présent, nous avons travaillé à courant constant loin des conditions d'emballlement thermique. A tension constante, les risques d'emballlement thermique sont écartés. En effet, la puissance électrique s'écrit en fonction de la tension: $P = V^2 / R$. Ainsi, lorsque la température (donc la résistance) augmente, la puissance dissipée diminue. Cette propriété nous permet d'étudier les conditions d'emballlement thermique des structures suspendues sans les détruire.

D'après le schéma électrique de la figure 3-31, on peut écrire lorsque le système est bouclé et sans emballlement thermique:

$$V = A \times V_{\text{pont}} \quad (3-35)$$

$$\begin{cases} V = R_1 \times i_0 + V_{\text{polar}} \\ V = (R_1 + R_2) \times i_0 + V_S \end{cases} \quad (3-36)$$

On en déduit:

$$V_S = -\frac{R_2}{R_1} \times A \times V_{\text{pont}} + \frac{R_1 + R_2}{R_1} \times V_{\text{polar}} = R_i \times i \quad (3-37)$$

La polarisation en tension est réalisée de façon active par injection d'un courant qui dépend de la différence entre la consigne V_{polar} et la tension du dispositif V_{pont} .

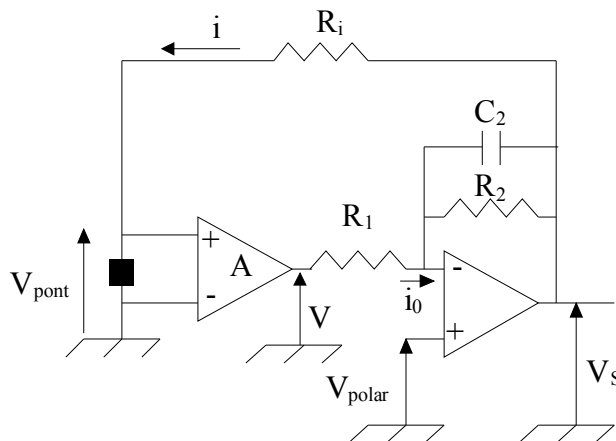


figure 3-31: Schéma électrique du système de polarisation en tension.

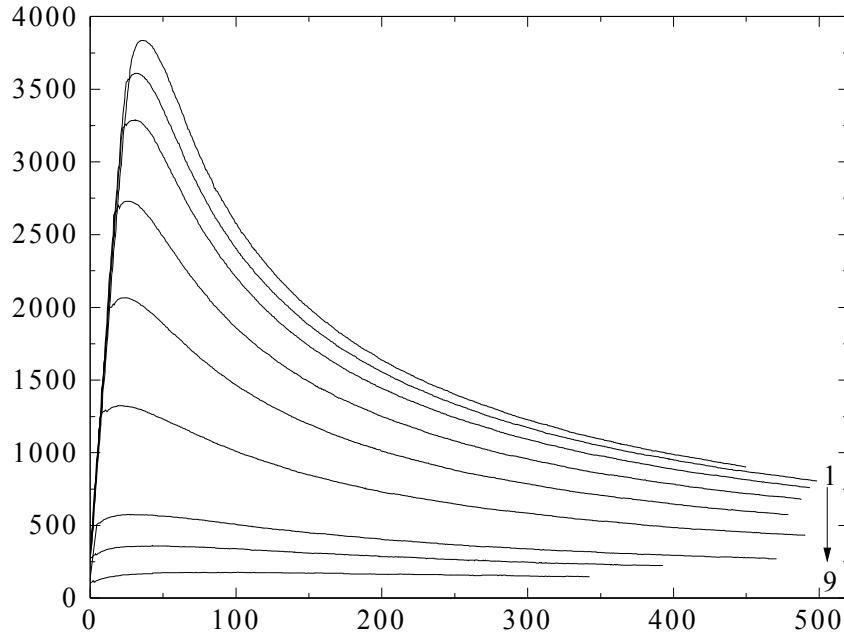


figure 3-32: Caractéristiques I-V d'un pont suspendu $10 \times 50 \mu\text{m}^2$ enregistrées en polarisation en tension aux températures (de 1 à 9): 79,8; 80,2; 80,7; 81,2; 81,9; 82,7; 83,8; 84,2; 84,7 K.

b) Cas de l'emballement thermique.

L'emballement thermique traduit la situation où la conductance thermique n'est plus assez grande pour évacuer la puissance apportée dans le bolomètre. Cela se traduit par un échauffement donc une augmentation de résistance. La tension aux bornes du dispositif augmente plus que la consigne ne l'impose, et devient égale à $V_{\text{pont}} + V_{\text{emb}}$. On peut exprimer le courant i_{emb} de contre-réaction traversant le pont, lorsque l'emballement se produit, en fonction du courant i_{sans} dans le cas sans emballement, en introduisant $V_{\text{pont}} + V_{\text{emb}}$ dans l'expression précédente:

$$i_{\text{emb}} = i_{\text{sans}} - \frac{R_2}{R_1 + R_2} \times A \times V_{\text{emb}} \quad (3-38)$$

La contre-réaction active du système de polarisation réagit donc en envoyant moins de courant dans le pont, ce qui se traduit sur les caractéristiques I-V par l'apparition d'une branche de résistance négative. Deux exemples de caractéristiques I-V de structures suspendues, enregistrées en polarisation en tension à différentes températures, sont reportés sur les figure 3-32 et figure 3-33.

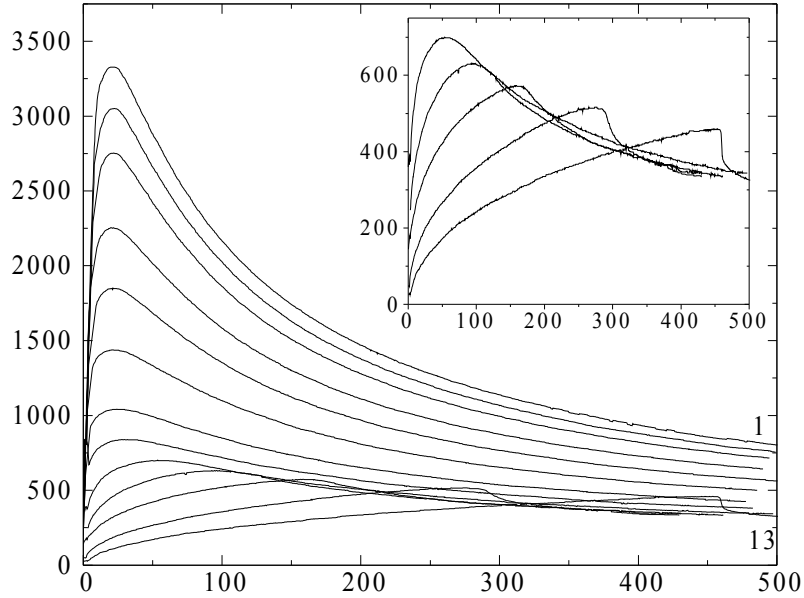


figure 3-33: Caractéristiques I-V d'un méandre à 5 brins de largeur de pistes 10 μ m enregistrées en polarisation en tension aux températures (de 1 à 13): 79,9; 80,2; 80,6; 81,2; 81,6; 82,1; 82,6; 83,0; 83,1; 83,2; 83,3; 83,4; 83,45; 83,5; 83,55 K. Les courbes 9 à 13 sont reproduites dans l'encadré.

Sur la figure 3-33, les points de rebroussement ont une valeur constante en tension jusqu'à 82,7 K, et cette valeur augmente ensuite brutalement. Cela indique que le film d'YBaCuO transite vers l'état normal. La conductance thermique reste la même, et pour un même échauffement, l'augmentation de résistance est plus importante qu'auparavant. Le point de rebroussement permet de déterminer la conductance thermique si on connaît précisément le $R(T)$ (voir paragraphe d).

c) Interprétation qualitative des caractéristiques I-V.

La forme des caractéristiques I-V obtenues s'explique par l'échauffement qui se produit dans la structure suspendue. Nous pouvons alors exprimer la tension et le courant en fonction de la température pour tracer une caractéristique I-V paramétrée. Si on se place à l'équilibre thermique, on a : $G (T - T_0) = P = V \times I = V^2 / R$ puisque la consigne est la tension, soit $V = \sqrt{R \times G \times (T - T_0)}$.

Si, pour l'exemple, on admet que la résistance R dépend de la température, de façon quadratique: $R = A + B \times T^2$, on peut construire alors une caractéristique I-V en calculant à

chaque température T les valeurs de $V = \sqrt{(A + B \times T^2) \times G \times (T - T_0)}$ et $I = V / (A + B \times T^2)$ respectivement. Nous avons tracé sur la figure 3-34 une courbe calculée en choisissant des constantes de façon arbitraire. Sa forme correspond bien aux I-V expérimentales.

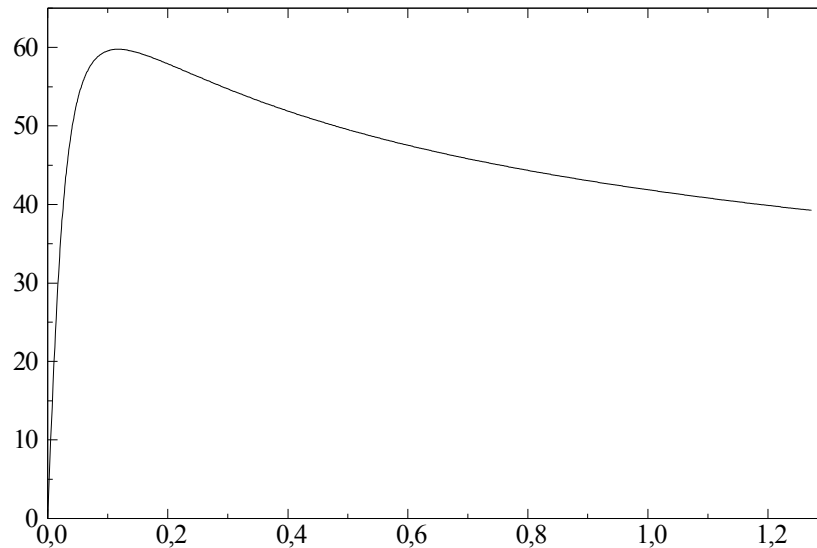


figure 3-34: Caractéristiques I-V calculées selon les formules paramétrées selon T , où les constantes sont choisies arbitrairement.

d) Extraction de la conductance thermique des caractéristiques I-V.

Cette étude a été réalisée par Pierre Langlois au GREYC (ISMRA Caen). La position du point de rebroussement observé sur les caractéristiques I-V doit permettre de déduire la conductance thermique de la structure. Pour cela, il faut modéliser la caractéristique $R(T)$ de la structure. Malheureusement, les courbes I-V reportées précédemment ont été enregistrées sur des motifs issus du masque BOLO1. L'interprétation quantitative des courbes est donc faussée par l'existence de la résistance des lignes d'amenée en série avec la résistance de la structure. Nous obtenons une conductance thermique G de $0,5 \cdot 10^{-7} \text{ W / K}$ pour un pont $10 \times 100 \mu\text{m}^2$ et de $0,9 \cdot 10^{-7} \text{ W / K}$ pour un pont $10 \times 50 \mu\text{m}^2$. Les résultats évoluent bien dans le sens de diminuer G quand la longueur augmente, mais les valeurs sont environ un ordre de grandeur plus faible que celles mesurées par échauffement électrique sur des ponts issus de BOLO2. La seule façon de conclure sur la validité de la méthode serait de refaire des mesures de caractéristiques I-V sur des ponts de type BOLO2.

2 - Effet de l'irradiation infrarouge.

Nous reportons des mesures sous irradiation infrarouge réalisées sur un méandre 7 brins de largeur de piste $10\text{ }\mu\text{m}$. Nous avons utilisé un autre corps noir que celui décrit au paragraphe 2. A la température $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, la puissance reçue par le méandre 7 brins dans toutes les longueurs d'onde est environ $1\text{ }\mu\text{W}$.

a) *I-V sous irradiation continue et modulée.*

Les caractéristiques I-V du méandre ont été enregistrées à la température 80 K pour différentes puissances d'irradiation infrarouge (figure 3-35). Depuis une irradiation nulle, obtenue en positionnant un bain d'azote liquide devant le hublot du cryostat, jusqu'à l'irradiation issue du corps noir, nous observons une réduction du courant critique, qui traduit un simple échauffement.

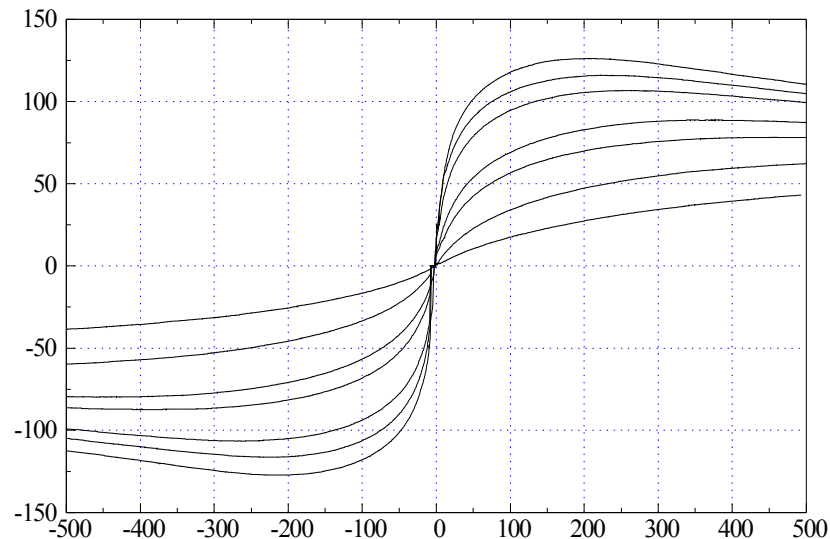


figure 3-35: Caractéristiques I-V d'un méandre 7 brins de largeur de piste $10\text{ }\mu\text{m}$ à 80 K sous différentes valeurs de puissances infrarouges (de 1 à 7): nulle (bain d'azote liquide), température ambiante, main, corps noir: fermé, $0,25\text{ }\mu\text{W}$, $0,5\text{ }\mu\text{W}$ et $1\text{ }\mu\text{W}$.

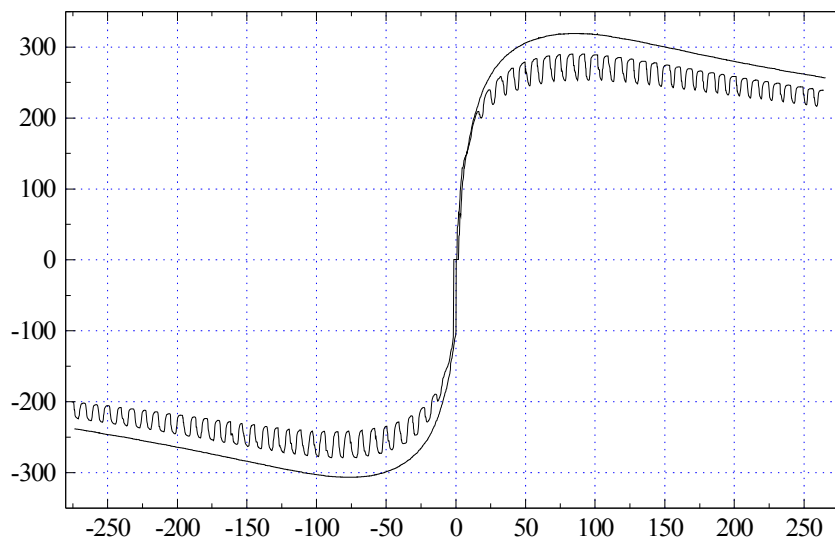


figure 3-36: Caractéristiques I-V d'un méandre 7 brins de largeur de pistes $10\ \mu\text{m}$ à $80\ \text{K}$ dans le noir (trace continue) et sous irradiation infrarouge modulée à $2\ \text{Hz}$

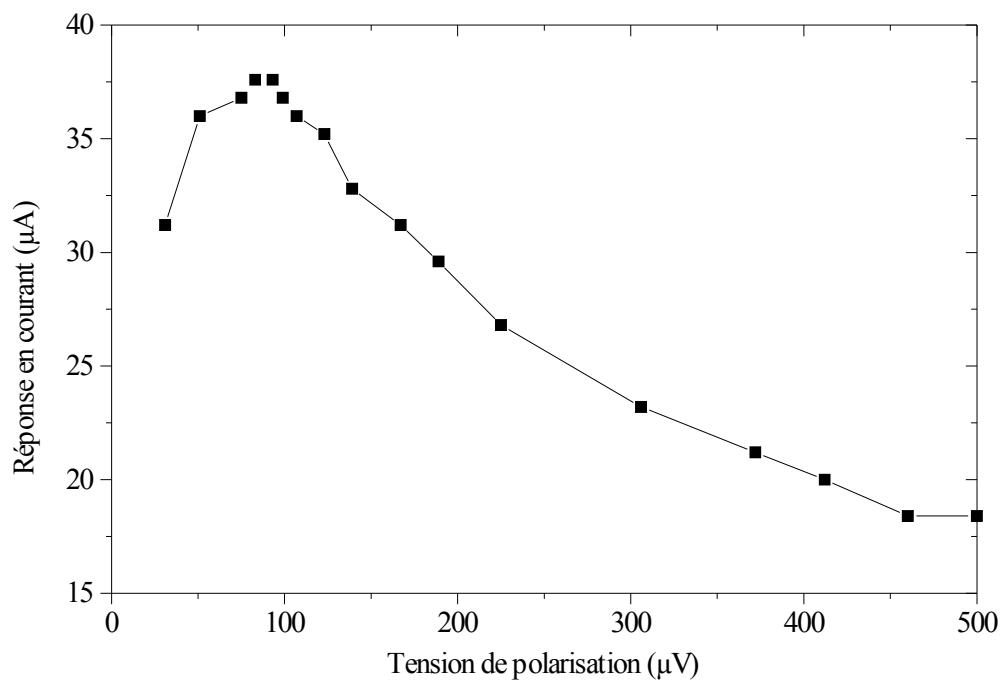


figure 3-37: Réponse en courant d'un méandre 7 brins de largeur de piste $10\ \mu\text{m}$ à $80\ \text{K}$ sous irradiation infrarouge ($1\ \mu\text{W}$), en fonction de la tension de polarisation.

Sur la figure 3-36, nous avons reporté la caractéristique I-V du méandre sous irradiation infrarouge modulée à quelques Hz, en comparaison avec la caractéristique sous irradiation nulle. La valeur moyenne est décalée montrant l'élévation de la puissance continue moyenne. Nous avons reporté l'amplitude de la réponse infrarouge en fonction de la tension de polarisation sur la figure 3-37. Comme nous pouvons également le remarquer sur la caractéristique I-V modulée, elle est maximale au point de rebroussement, environ 75 μV .

b) Caractéristiques I-V hystérétiques

Sur un méandre 7 brins provenant du même substrat que celui testé précédemment, nous avons également enregistré les caractéristiques I-V sous irradiation infrarouge continue (figure 3-38). Ces mesures ont été réalisées à une température plus basse que précédemment (78 K). Nous constatons l'existence d'un hystérésis sur les trois caractéristiques. Il n'y a pas de point de rebroussement continu comme précédemment, mais un saut brutal de la branche à résistance positive à la branche à résistance négative. Cela peut s'expliquer par le passage de l'état mixte normal-supra à l'état normal.

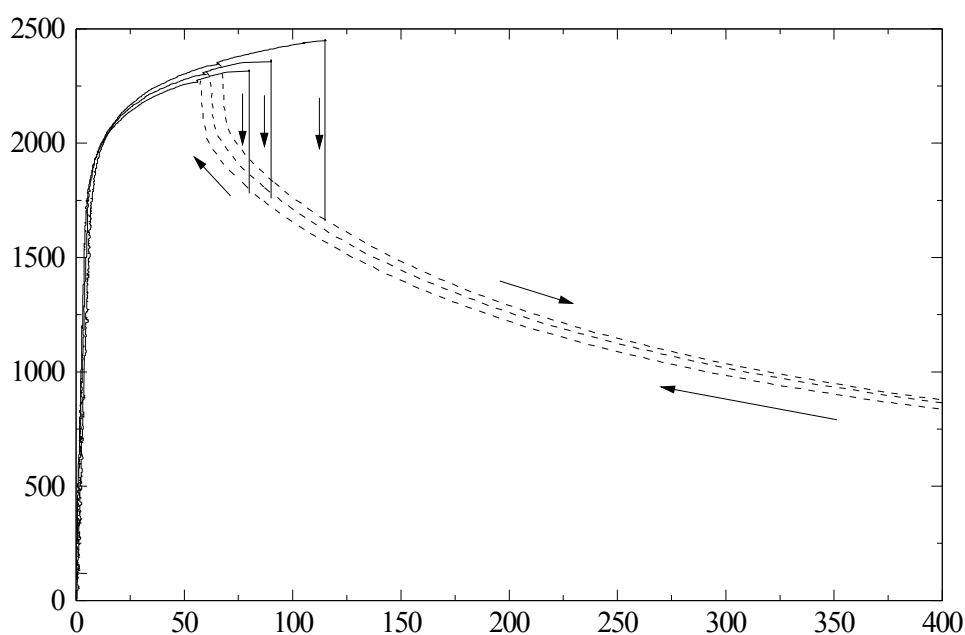


figure 3-38: Caractéristiques I-V hystérétiques d'un méandre 7 brins de largeur de piste 10 μm sous trois puissances infrarouges (de 1 à 3): un quart, moitié et pleine puissance 1 μW , à 78 K.

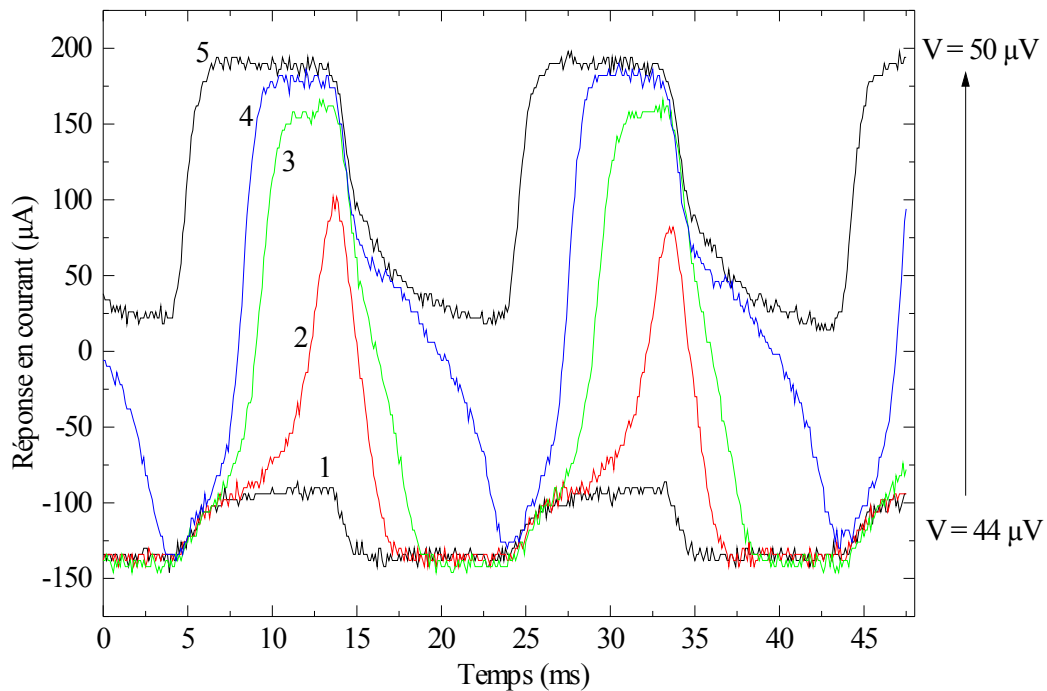


figure 3-39: Réponses en courant du méandre 7 brins de largeur de piste $10\ \mu\text{m}$ sous irradiation infrarouge ($1\ \mu\text{W}$) pour différentes valeurs de tension de polarisation, de $44\ \mu\text{V}$ à $50\ \mu\text{V}$ à 78K et traversée de l'hystérésis.

L'effet de l'irradiation infrarouge sur les caractéristiques I-V est différent sur chacune des deux branches. Le retour, sur la branche négative, se produit toujours à la même tension. Au contraire, la position du saut brutal sur le parcours aller traduit bien les différentes valeurs de puissance reçue

Les réponses infrarouges en fonction du temps sont reportées sur la figure 3-39 pour différentes valeurs de tension de polarisation. La courbe 1 est mesurée sur la branche de résistance positive, pour une tension de $44\ \mu\text{V}$ (courbe 1). Nous avons ensuite augmenté progressivement la tension de polarisation de façon à ce que l'apport de puissance par l'irradiation fasse basculer sur la branche négative et que l'arrêt de l'irradiation permette le retour sur la branche positive (courbe 4). Dans le cas des courbes 2 et 3, l'apport de puissance n'est pas encore suffisant pour passer d'une branche à l'autre. La courbe 5 montre la réponse obtenue lors d'une polarisation sur la branche négative avant l'apport de puissance. Les niveaux continus traduisent le saut en tension que nous observons sur les caractéristiques I-V. Le phénomène que nous venons de décrire est intéressant, mais il semble difficile de l'utiliser pour fabriquer un détecteur en raison de la nature extrêmement non linéaire de la réponse. De

plus, le passage d'une branche à l'autre se produit à des tensions différentes selon la température. Cela imposerait une régulation de température précise.

3 - Sensibilités en courant

La réponse infrarouge du méandre à 80 K en fonction du temps est reportée sur la figure 3-40 à la fréquence 100 Hz et à la tension de polarisation $75 \mu\text{V}$. Nous en déduisons la sensibilité en courant maximale: 400 A / W . Il est difficile de comparer cette valeur avec les mesures directes en polarisation en courant. Sur un micropont non découplé, où l'emballement n'apparaît pas, il faut simplement multiplier le résultat en A / W par la résistance dynamique au point de polarisation pour obtenir la sensibilité en tension. Notre cas est particulier, puisque la résistance au point de fonctionnement est infinie ou négative. Cela nous a empêché également de faire des mesures de bruit, et donc de déduire NEP et détectivité.

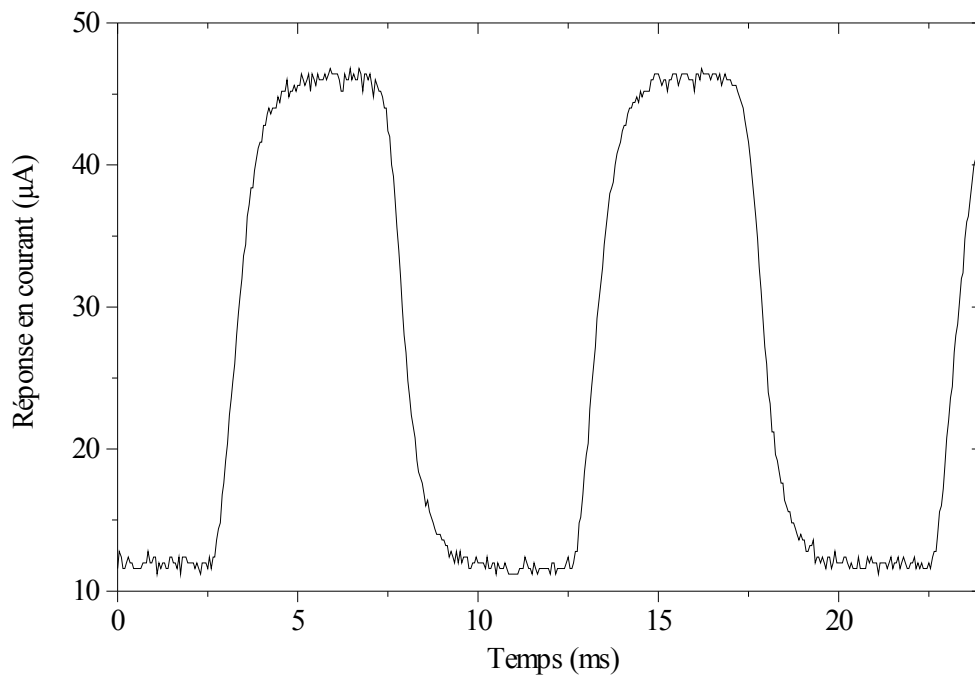


figure 3-40: Réponse en courant d'un méandre 7 brins de largeur de piste $10 \mu\text{m}$ sous irradiation infrarouge ($1 \mu\text{W}$), pour une tension de polarisation de $75 \mu\text{V}$ et à 80 K .

L'effet de l'irradiation infrarouge sur les caractéristiques I-V est différent sur chacune des deux branches. Le retour, sur la branche négative, se produit toujours à la même tension. Au contraire, la position du saut brutal sur le parcours aller traduit bien les différentes valeurs de puissance reçue. Le modulateur mécanique utilisé lors de ces mesures est limité à 200 Hz. A cette fréquence, l'amplitude de la réponse n'a pas encore diminué mais le signal commence à s'arrondir. La fréquence de coupure peut donc être estimée entre 200 et 300 Hz, ce qui rejoint les mesures en polarisation en courant.

V -Etude d'un démonstrateur de détecteur optimisé de surface $100 \times 100 \mu\text{m}^2$.

1 - Introduction.

L'étude sur les ponts a montré qu'avec un minimum de précautions, notamment pour ne pas dépasser le courant d'emballlement thermique, les structures sont mécaniquement et électriquement assez robustes pour la réalisation de bons détecteurs. Les applications en détection infrarouge demandent des surfaces actives assez larges, principalement pour éviter les problèmes de diffraction. Nous avons choisi de travailler sur l'optimisation d'un pixel de taille $\ell \times \ell$, avec $\ell = 100 \mu\text{m}$, dimension standard des pixels utilisés dans l'infrarouge. Cependant, nos techniques de fabrication ne permettent pas la fabrication d'une membrane suspendue de cette dimension. La solution simple que nous avons adoptée pour occuper une surface carrée est de former un serpentín ou méandre.

Dans un premier temps, nous exprimons les principales caractéristiques du méandre, la résistance, la conductance thermique et la capacité calorifique, en fonction des caractéristiques des ponts suspendus. Nous étudions ensuite l'influence des paramètres géométriques sur les performances en détection bolométrique. Pour cela, nous avons considéré le rendement optique du pixel, mais, bien que ce soit un paramètre fondamental pour les performances du détecteur, nous n'avons pas cherché à optimiser l'absorption de la structure. Nous avons surtout travaillé sur les caractéristiques géométriques car l'absorption est un point que l'on peut facilement améliorer en ajoutant une couche absorbante adaptée à la longueur d'onde à détecter.

Enfin, les performances en détection infrarouge du détecteur optimisé ont été caractérisées de la façon suivante:

1. mesure de la caractéristique de résistance en fonction de la température et donc de la valeur du thermomètre $\frac{dR}{dT}$ et détermination de la meilleure température de travail.
2. détermination de la conductance électrique G par mesure de l'échauffement provoqué par le passage d'un courant dans la structure.
3. mesure de la sensibilité en V / W (sous irradiation du corps noir).
4. mesure de la bande passante (sous irradiation de la diode laser).
5. mesure du bruit.

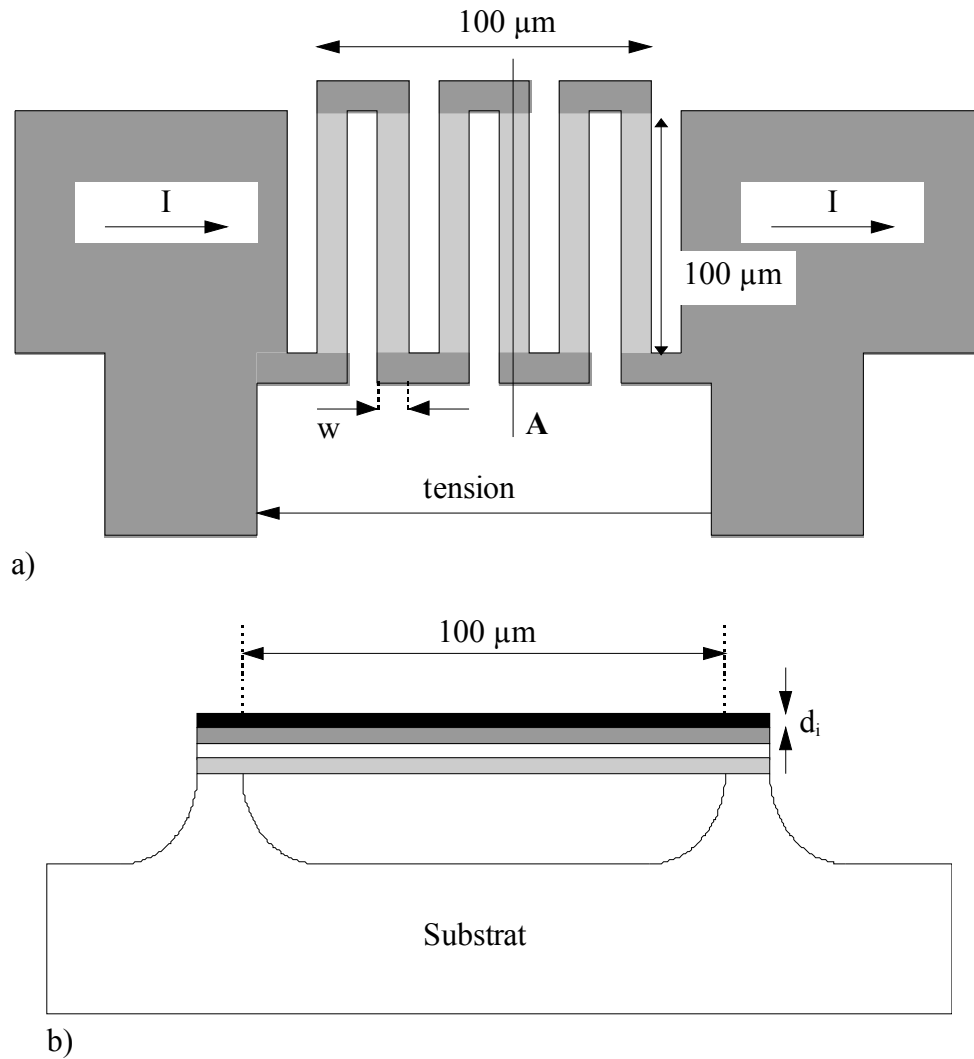


figure 3-41: Schéma des pixels de taille $100 \times 100 \mu\text{m}^2$.

a) vue du dessus; b) vue en coupe au niveau repéré A.

2 - Définition de la géométrie du détecteur de surface $100 \times 100 \mu\text{m}^2$.

a) Contraintes technologiques.

Les détecteurs sont fabriqués par la technologie GIR, qui est la seule suffisamment bien maîtrisée. Nous avons donc écarté toute considération sur le choix des matériaux et de leurs épaisseurs dans l'optimisation de nos détecteurs, ce point ayant été abordé au paragraphe III-7-f de ce chapitre. Nous avons vu dans le chapitre 2 que des serpentins entièrement suspendus et connectés au substrat uniquement à ses deux extrémités ne sont pas assez rigides à cause de contraintes dans les films. Pour former un méandre, nous avons donc choisi de mettre en série n ponts suspendus de longueur $\ell = 100 \mu\text{m}$ et de largeur w (avec $n \times w < \ell$), reliés au substrat à chaque extrémité (figure 3-41). Cette disposition est robuste et avantageuse

d'un point de vue électrique puisque la réponse totale est la somme des réponses de chaque pont. Deux exemples de méandres réalisés sont représentés sur les figure 3-42 et figure 3-44 des pages suivantes. Les figure 3-43 et figure 3-45 détaillent les extrémités des brins et montrent leur connexion au substrat de silicium.

Les caractéristiques thermiques du serpentín peuvent s'exprimer en fonction de celles de chacun de ses brins, puisque chacun des brins est thermallisé à ses extrémités. L'élévation de température globale est $\Delta T = \Delta R / (dR/dT)$. Si chaque brin j est identique, $\Delta R = n \times \Delta R_j$ et $dR / dT = n \times (dR / dT)_j$, d'où $\Delta T = \Delta T_j$. De plus, la puissance totale P est n fois la puissance reçue par un brin P_j , qu'elle soit de nature électrique $P = RI^2 = (n \times R_j) \times I^2$, ou optique puisque la puissance est proportionnelle à la surface. La conductance thermique G du serpentín est alors n fois celle d'un brin. La capacité calorifique C de l'ensemble étant proportionnelle au volume, l'ensemble des caractéristiques du méandre se résume par:

$$\begin{cases} R_{\text{méandre}} = n \times R_j \\ G_{\text{méandre}} = n \times G_j \\ C_{\text{méandre}} = n \times C_j \end{cases} \quad (3-39)$$

où n est le nombre de brins suspendus. Le temps de réponse d'un méandre thermallisé aux extrémités de chaque brin est donc identique à celui d'un brin isolé:

$$\tau_{\text{méandre}} = \frac{C}{G} = \frac{n \times C_j}{n \times G_j} = \tau_j \quad (3-40)$$

avec C_j et τ_j capacité calorifique et temps de réponse d'un brin.

b) Sensibilité statique S_0 .

Nous considérons la sensibilité statique S_0 au courant I_0 défini à la page 135, qui permet d'étudier chaque structure dans les mêmes conditions vis à vis de l'emballement

thermique. On rappelle que: $I_0 = \sqrt{0,3} \times \sqrt{\frac{G}{dR/dT}}$, et on notera par la suite $\mu = \sqrt{0,3}$. La

sensibilité statique S_0 d'un pont suspendu s'écrit: $S_0 = \mu \times \sqrt{\frac{dR/dT}{G}}$, soit, d'après la formule (3-26):

$$S_{0\text{brin}} = \frac{\mu \times \ell}{w} \times \sqrt{\frac{dr_1/dT}{12d_1 \times \sum_i k_i d_i}} \quad (3-41)$$

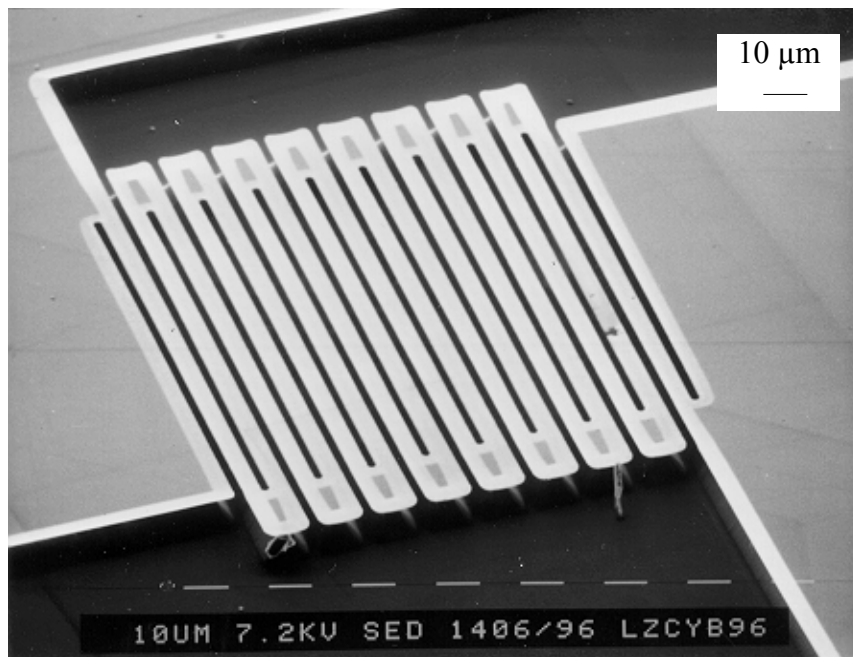


figure 3-42: Photographie au microscope électronique à balayage d'un méandre constitué de 17 brins de largeur $4\ \mu\text{m}$ mis en série. Les zones blanches sont suspendues et les zones plus grises aux extrémités des ponts sont liées au silicium.

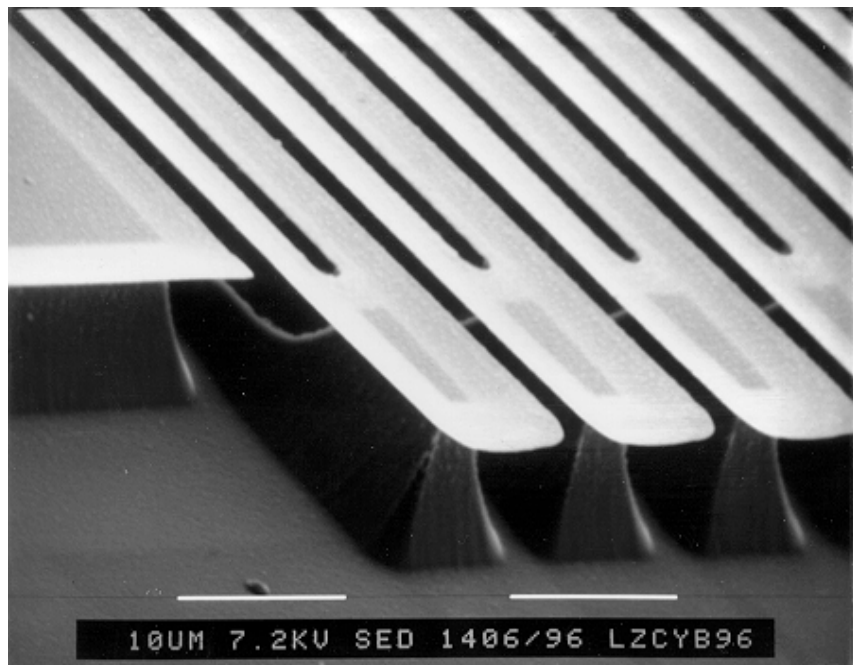


figure 3-43: Détail des extrémités du méandre représenté en figure 3-42, montrant les extrémités des ponts connectées au substrat de silicium.

où $\mu = \sqrt{0,3}$, r_1 et d_1 sont la résistivité et l'épaisseur du film d'YBaCuO, et l'indice i désigne chaque matériau constituant la membrane. La sensibilité optique du méandre s'exprime facilement en fonction de sa sensibilité électrique:

$$S_{\text{méandre}} = \frac{\Delta P_{\text{reçue}}}{\Delta P_{\text{incidente}}} \times \frac{\Delta V}{\Delta P_{\text{reçue}}} = \eta \times F \times S_{\text{électrique}} \quad (3-42)$$

où η est le coefficient d'absorption et F le facteur de remplissage. Celui est défini comme le rapport de la surface effective du détecteur sur la surface $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ idéale:

$$F = \frac{P_{\text{reçue}}}{P_{\text{incidente}}} = \frac{n \times w t'^2}{t'^2} = \frac{n \times w}{t'} \quad (3-43)$$

A partir des équations (3-39), (3-42) et (3-43), et si l'absorption n'est pas considérée, la sensibilité statique du méandre au courant I_0 s'écrit donc:

$$S_{0\text{méandre}} = F \times S_{0\text{brin}} = n \times \mu \times \sqrt{\frac{dr_1/dT}{12d_1 \times \sum_i k_i d_i}} \quad (3-44)$$

c) Bruit.

Les trois premiers termes de l'équation (1-8) constituent les principales contributions au bruit du bolomètre. Le bruit de phonons e_{nP} au courant de polarisation I_0 et le bruit de Johnson e_{nJ} s'écrivent:

$$e_{\text{nP}}^2 = 4k_B T^2 G \times S_0^2 = 4k_B T^2 \times \mu^2 \times n \frac{t'}{w d_1} \times \frac{dr_1}{dT} \quad (3-45)$$

$$e_{\text{nJ}}^2 = 4k_B T \times n \frac{t'}{w d_1} \times r_1 \quad (3-46)$$

où r_1 et d_1 sont la résistivité et l'épaisseur du film d'YBaCuO. Le rapport

$\frac{e_{\text{nP}}^2}{e_{\text{nJ}}^2} = \frac{\mu^2 \times T \times dr_1/dT}{r_1}$ ne dépend que de la qualité du film. D'après nos mesures à 85 K, il

est compris entre 20 et 120, ce qui montre que le bruit de Johnson est négligeable par rapport

au bruit de phonons. De plus, le rapport $\frac{dr_1}{dT}/d_1$ à 85 K est mesuré entre 15 et 20, ce qui

donne $e_{\text{nP}}^2 \approx 2 \cdot 10^{-18} \times n \times \frac{t'}{w} [\text{V}^2 / \text{Hz}]$ d'après l'équation (3-45). Cette dernière valeur doit

maintenant être comparée avec le très bas niveau de bruit de notre amplificateur: $e_A^2 = 8 \cdot 10^{-19} \text{V}^2 / \text{Hz}$, qui montre que même dans le cas extrême où $n = 1$ et $t' = w$, le bruit de phonons peut

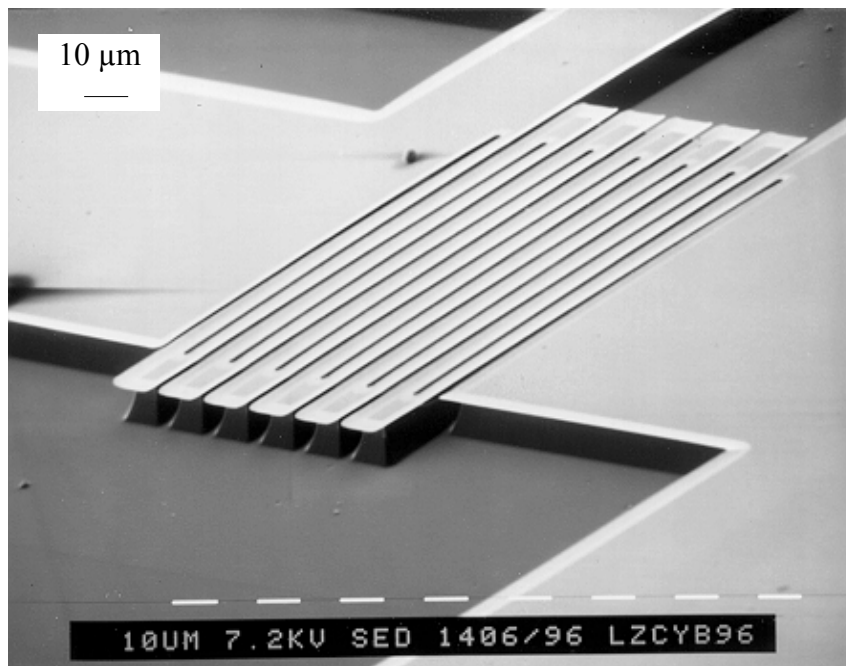


figure 3-44: Photographie au microscope électronique à balayage d'un méandre constitué de 12 brins de largeur 6 μm mis en série. Les zones blanches sont suspendues et les zones plus grises aux extrémités des ponts sont liées au silicium.

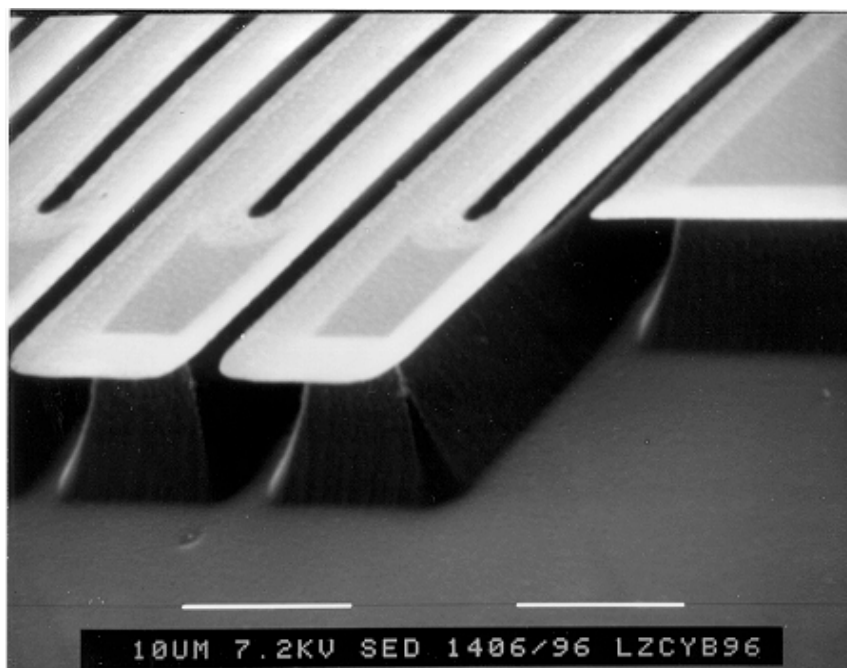


figure 3-45: Détail des extrémités du méandre représenté en figure 3-44, montrant les extrémités des ponts connectées au substrat de silicium.

être considéré comme la principale source de bruit du bolomètre. Le NEP du méandre s'écrit donc:

$$\text{NEP}_{\text{méandre}} = \frac{\sqrt{4k_B T^2 \times n \times G_{\text{brin}}}}{F} = \sqrt{\frac{\ell'}{nw}} \times \sqrt{48k_B T^2 \times \sum_i k_i d_i} \quad (3-47)$$

La surface de détection du pixel étant $\ell' \times \ell'$, la détectivité spécifique D^* est:

$$D^* = \frac{\sqrt{\ell' \times \ell'}}{\text{NEP}_{\text{méandre}}} = \frac{\sqrt{nw\ell'}}{\sqrt{48k_B T^2 \times \sum_i k_i d_i}} \quad (3-48)$$

où l'indice i désigne chaque couche constituant la membrane, n est le nombre de lignes, et ℓ' , w , d sont les dimensions de chaque brin.

d) Discussion.

Les équations (3-44), (3-47) et (3-48) peuvent nous apporter les premières informations concernant l'optimisation des performances statiques d'un bolomètre. Cependant il est indispensable de considérer en même temps la constante de temps, puisque l'optimisation de l'un affecte l'autre. Il est alors intéressant de déterminer un paramètre qui combine à la fois la détectivité et la constante de temps. Considérons les deux expressions suivantes:

$$\frac{D^*}{\sqrt{\tau}} = \frac{\sqrt{nw/\ell'}}{\sqrt{4k_B T^2 \times \sum_i \rho_i c_i d_i}} \quad (3-49)$$

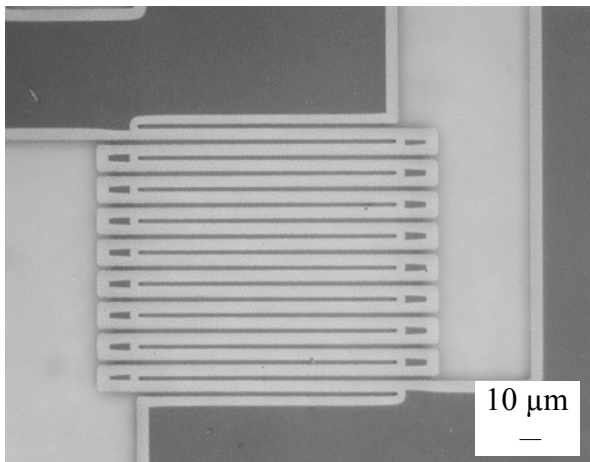
$$\frac{D^*}{\tau} = \sqrt{\frac{nw}{\ell'^3}} \times \frac{\sqrt{3 \times \sum_i k_i d_i}}{\sum_i \rho_i c_i d_i \times \sqrt{k_B T^2}} \quad (3-50)$$

La dépendance des performances bolométriques du méandre en fonction des dimensions peut se résumer de la façon suivante:

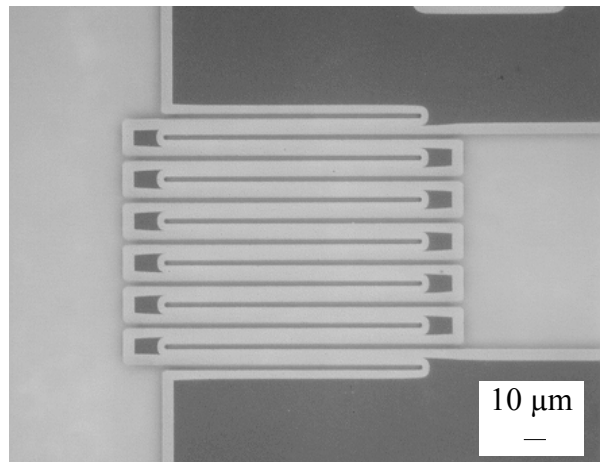
$$\left\{ \begin{array}{l} S_0 = n \times \alpha_1 \\ \text{NEP} = \frac{1}{\sqrt{F}} \times \alpha_2 \\ D^* = \ell' \times \sqrt{F} \times \alpha_3 \\ \frac{D^*}{\tau} = \frac{1}{\ell'} \times \sqrt{F} \times \alpha_4 \\ \frac{D^*}{\sqrt{\tau}} = \sqrt{F} \times \alpha_5 \end{array} \right. \quad (3-51)$$

largeur de pistes	nombre de pistes
4 μm	17
6 μm	12
8 μm	10
10 μm	8

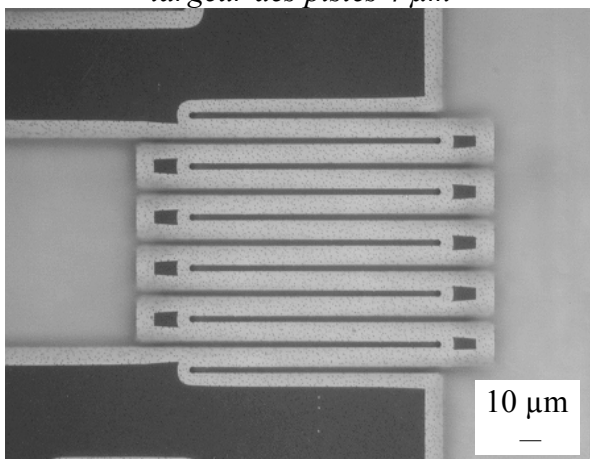
tableau 3-14: résumé des dimensions considérées.



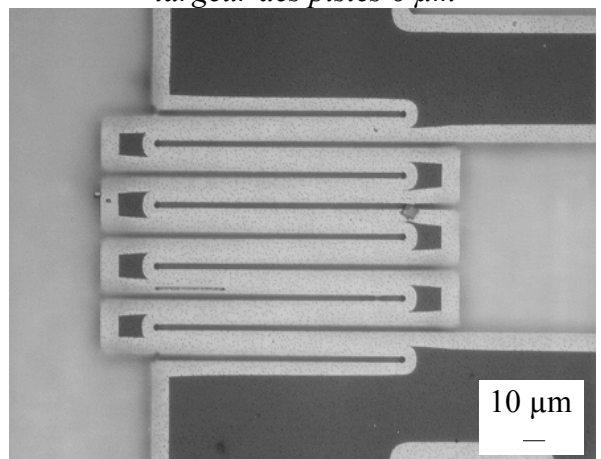
largeur des pistes 4 μm



largeur des pistes 6 μm



largeur des pistes 8 μm



largeur des pistes 10 μm

figure 3-46: Photographies au microscope optique des pixels étudiés.

Les zones claires sont suspendues et les zones foncées sont liées au substrat .

où α_1 à α_5 désignent des constantes. Tout d'abord, pour optimiser la sensibilité du capteur, il faut augmenter le nombre de brins n du méandre, cela indépendamment de la longueur et de la largeur des pistes. Ensuite, le critère commun à chaque paramètre est la maximisation du facteur de remplissage F . De plus, une grande détectivité nécessiterait une plus grande longueur de brins, mais conduirait alors à une diminution de D^* / τ . Dans chaque application, l'utilisateur devra définir quel paramètre, entre les caractéristiques statiques (sensibilité, NEP ou détectivité) et la constante de temps τ doit être optimisé.

Pour notre part, nous avons choisi $\ell = 100 \mu\text{m}$, pour obtenir une surface de détection satisfaisante pour l'infrarouge. Nous déduisons des équations précédentes que la configuration optimale est obtenue pour $F = 1$. Une membrane suspendue de surface $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ satisferait cette condition. Pour des raisons technologiques, l'intervalle entre deux lignes du méandre est prise égale à $2 \mu\text{m}$, dimension la plus petite de façon à être dans des conditions confortables pour la lithographie. L'expérience a montré que des ponts de longueur $100 \mu\text{m}$ et de largeurs de $4 \mu\text{m}$ à $10 \mu\text{m}$ sont parfaitement envisageables et viables. Nous étudierons donc des pixels, de largeurs de pistes de $4, 6, 8$ et $10 \mu\text{m}$, ayant $17, 12, 10$ et 8 brins respectivement (tableau 3-14 et figure 3-46). Nous n'avons caractérisé complètement en détection infrarouge que les méandres de largeur de pistes 4 et $6 \mu\text{m}$. Malheureusement, la qualité du film de l'échantillon $6 \mu\text{m}$ étant moins bonne que celle de l'échantillon $4 \mu\text{m}$, nous n'avons pas pu vérifier expérimentalement la dépendance en \sqrt{F} . Comparé à la géométrie optimale ($F = 1$), le méandre $4 \mu\text{m}$ présente une perte en D^* égale à $(1 - \sqrt{F})$, soit $17,5 \%$. Un méandre $10 \mu\text{m}$, présenterait une perte de $10,5 \%$ seulement.

3 - Mesure de la conductance thermique électrique.

Nous avons mesuré la conductance thermique de la même façon que pour les ponts, par détermination de l'inverse de la pente à l'origine (figure 3-47 et tableau 3-15). Au paragraphe précédent, nous avons établi que la conductance d'un méandre de n brins doit être égale à n fois la conductance d'un brin. Cela est vrai à condition que la valeur du thermomètre dR / dT du méandre soit strictement n fois la valeur de dR / dT d'un brin. La conductance que nous

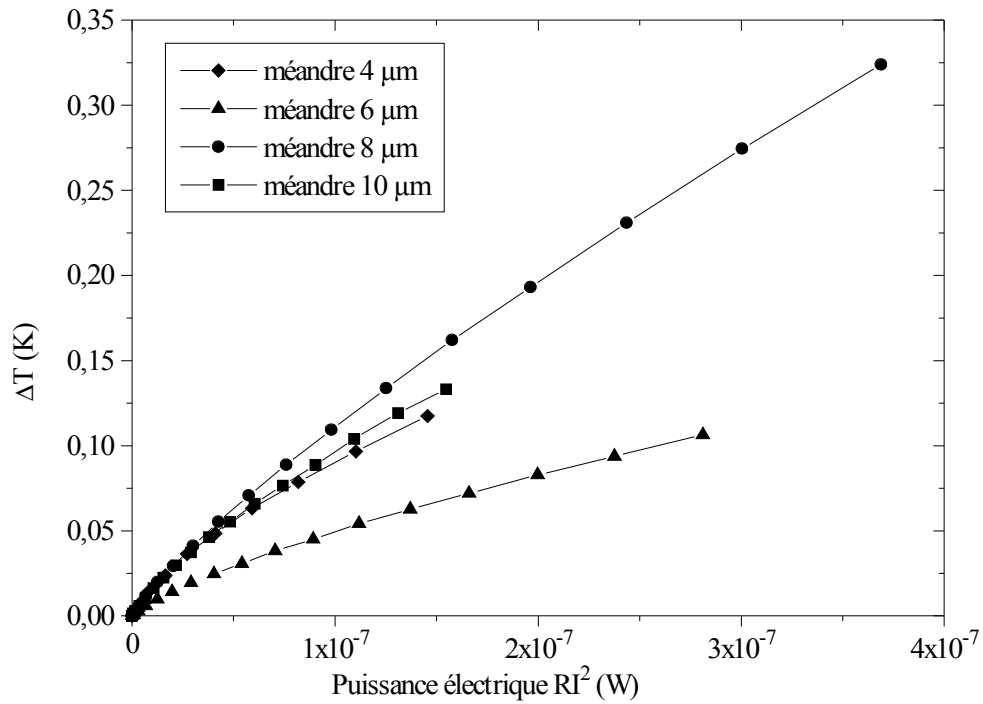


figure 3-47: Elévation de température par chauffage électrique; détermination de la conductance thermique de chaque méandre.

Largeur de pistes du méandre	Valeur mesurée sur le méandre G (W / K)	Conductance d'un brin G_i $G_{\text{pont}} \times 100 / 105$ (W / K)	Valeur attendue $G_i \times \frac{dR / dT_{\text{méandre}}}{dR / dT_{\text{brin}}}$ (W / K)
4 μm	$6,17 \cdot 10^{-7}$	$1,08 \cdot 10^{-7}$	$1,0 \cdot 10^{-6}$
6 μm	$1,53 \cdot 10^{-6}$		
8 μm	$7,4 \cdot 10^{-7}$	$2,1 \cdot 10^{-7}$	$1,7 \cdot 10^{-6}$
10 μm	$7 \cdot 10^{-7}$		

tableau 3-15: Résultats des mesures de conductance thermique sur les 4 méandres de taille $100 \times 100 \mu m^2$ et comparaison à la valeur attendue d'après la conductance d'un brin à $T=83,7 K$

attendons est alors $G = n \times G_{\text{brin}}$ multipliée par le facteur correctif $\frac{dR / dT_{\text{méandre}}}{n \times dR / dT_{\text{brin}}}$, pour tenir compte de l'écart entre dR / dT mesurée sur le méandre et celui attendu d'après la géométrie. Nous avons reporté ce calcul à la dernière colonne du tableau 3-15. Ils utilisent les mesures réalisées sur les ponts de longueur 100 μm et de largeur 4 et 8 μm du paragraphe précédent, qu'il faut ramener à la longueur réelle d'un brin d'un méandre 105 μm en multipliant par 100 / 105. Les valeurs mesurées sont proches des valeurs attendues mais l'écart est tout de même significatif. Cela indique qu'il y a des paramètres indépendants de la géométrie qui entrent en jeu. Nous pouvons notamment considérer le fait que sur un méandre, la probabilité de trouver des défauts dans le film est n fois plus importante que sur un seul brin. Cela aurait pour conséquence de limiter l'écoulement de la chaleur et donc de diminuer la conductance thermique réelle.

4 - Mesures de sensibilité dans l'infrarouge.

a) Courant d'emballement thermique.

Le courant d'emballement thermique est le courant de polarisation que nous ne devons pas dépasser lors des mesures de sensibilité (chapitre 1). Nous rappelons qu'il est défini par:

$$G - I_{\text{emb}}^2 \times \frac{dR}{dT} = 0 \quad (3-0)$$

Les valeurs, reportées dans le tableau 3-16, montrent qu'il est important de le mesurer sur chaque structure, car on ne peut pas mettre en évidence une évolution en fonction de la géométrie.

largeur de pistes	G (W / K)	$dR / dT_{\text{méandre}}$ (Ω / K)	Courant d'emballement thermique (μA)
4 μm	$6,17 \cdot 10^{-7}$	6611,25	9,7
6 μm	$1,53 \cdot 10^{-6}$	4838,7	17,8
8 μm	$7,4 \cdot 10^{-7}$	3085,6	15,5
10 μm	$7 \cdot 10^{-7}$	2268,5	17,6

tableau 3-16: Sensibilité électrique et courant d'emballement thermique d'après la conductance thermique G et dR / dT .

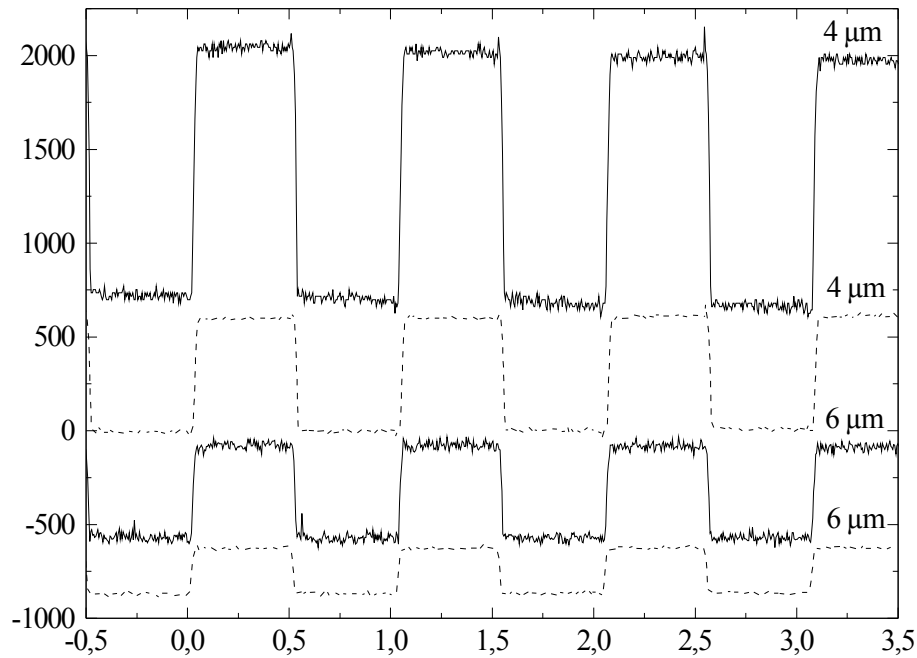


figure 3-48: Réponses infrarouges en fonction du temps des deux méandres 4 et 6 μm , dans le domaine 3-5 μm (trait plein) et 8-12 μm (trait pointillé); (1 μA , fréquence 1 Hz) à $T=84\text{ K}$.

b) Mesures avec un courant de polarisation de 1 μA .

La sensibilité des détecteurs est mesurée sous irradiation du corps noir. Sur la figure 3-48, nous avons reporté les courbes de réponses infrarouges en fonction du temps pour les méandres 4 et 6 μm . Les mesures ont été faites avec un courant de polarisation de 1 μA , à la fréquence 1 Hz, dans les deux gammes de longueurs d'onde disponibles 3-5 et 8-12 μm (tableau 3-17). Dans le cas du 8-12 μm , nous avons vérifié que les résultats obtenus sont identiques pour deux valeurs de puissance différentes (c'est à dire deux ouvertures différentes). La formule (3-43) indique que nous devons trouver une sensibilité proportionnelle à n / w . Nous comparons donc hublot par hublot les valeurs normalisées en multipliant par w / n . L'accord est correct pour le hublot 8-12 μm , puisque les valeurs sont toutes proches de 140, mais est mauvais pour le hublot 3-5 μm (312 à comparer à 250). Dans ce cas, la puissance reçue est faible et le désaccord peut s'expliquer par l'erreur de mesure. La sensibilité mesurée sur le méandre 4 μm est plus fiable.

Méandres	Hublot 8-12 μm ($\varnothing 5,7$: 0,66 μW)	Hublot 8-12 μm ($\varnothing 4$: 0,324 μW)	Hublot 3-5 μm ($\varnothing 5,7$: 0,22 μW)
4 μm valeur normalisée $\times 4/17$	606 V / W 143	666 V / W 157	1328 V / W 312
6 μm valeur normalisée $\times 6/12$	242 V / W 121	265 V / W 132,5	500 V / W 250

tableau 3-17: Sensibilité des méandres 4 et 6 μm , pour chaque hublot, à 1 μA , 1 Hz, $T=84\text{ K}$.

c) Absorption.

Nous constatons que les sensibilités dans le domaine 3-5 μm sont environ deux fois plus élevées que celles mesurées dans le domaine 8-12 μm . Cela traduit une meilleure absorption de la structure dans les plus courtes longueurs d'onde. Nous pouvons évaluer cette absorption η , d'après la formule (3-43) par:

$$\eta = \frac{S_{\text{IR}}}{F \times S_{\text{elec}}} \quad (3-0)$$

où $S_{\text{elec}} = \frac{I}{G} \times \frac{dR}{dT}$ est la sensibilité électrique, que nous appelons $\Delta V / P_{\text{reque}}$ dans la formule (3-43), S_{IR} est la sensibilité infrarouge mesurée et F le facteur de remplissage. L'absorption moyenne est 20 % dans la gamme 3-5 μm , et 9,5 % dans la gamme 8-12 μm . Ces valeurs paraissent élevées et nous ne devons pas porter trop d'importance à cette évaluation. En effet, les mesures de conductances thermiques et de sensibilités n'ont pas été faites sur les mêmes échantillons. Les sensibilités infrarouges ont été mesurées sur des échantillons de meilleure qualité. L'absorption est alors surévaluée, puisque la sensibilité électrique considérée pour son calcul est plus faible qu'en réalité. Cependant, toutes les performances en sensibilité infrarouge, puis NEP et détectivité, que nous déduirons par la suite sont valables puisqu'elles ne tiennent pas compte de la conductance thermique du méandre, mais seulement de valeurs réellement mesurées.

Méandres	F	Sensibilité électrique à 1 μA	Absorption 3-5 μm	Absorption 8-12 μm
4 μm	0,68	10715 V / W	18,2 %	8,3 %
6 μm	0,72	3163 V / W	21,9 %	10,6 %

tableau 3-18: Estimation de l'absorption par comparaison avec la sensibilité électrique.

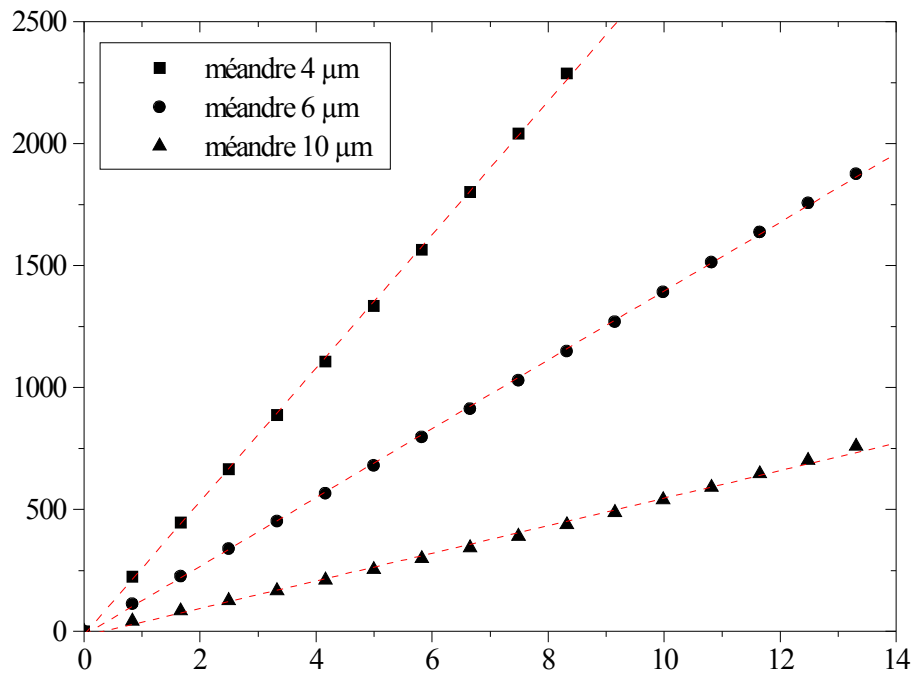


figure 3-49: Linéarité de la réponse optique en fonction du courant de polarisation.

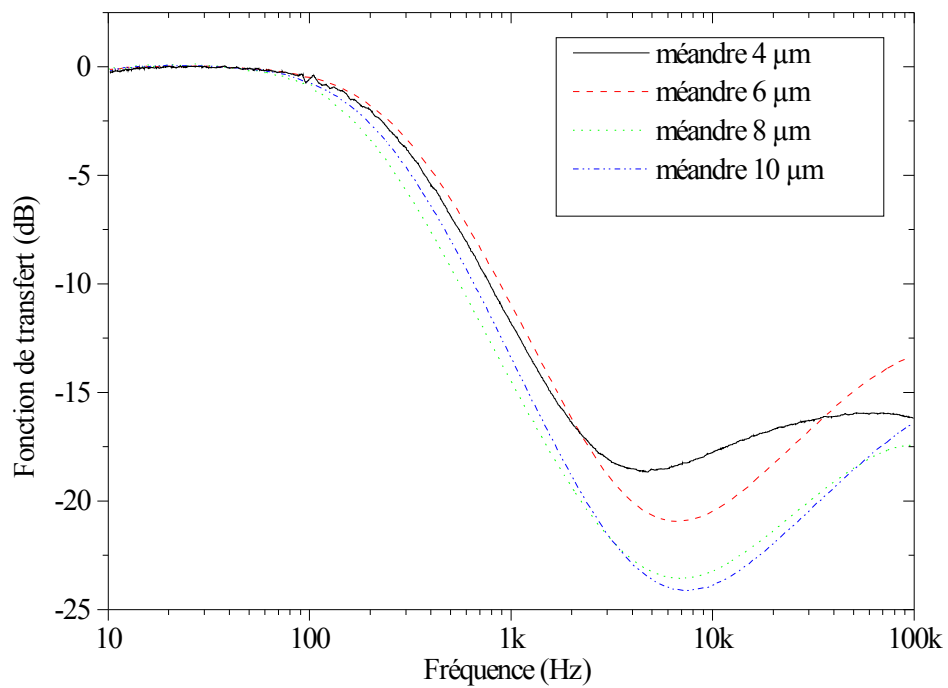


figure 3-50: Fonctions de transfert de la réponse optique normalisées à 0 dB, mesurées sur les méandres de largeurs de pistes 4, 6, 8 et 10 μm .

d) *Linéarité de la réponse optique en fonction du courant de polarisation.*

Sur le banc infrarouge, la fréquence de modulation est limitée à 3 Hz par le modulateur mécanique. Cela empêche de découpler le signal à l'entrée de l'amplificateur de façon à ne conserver que la composante alternative. Pour éviter la saturation de l'ampli, nous sommes obligés de limiter la composante continue du signal. Nous devons donc travailler à des valeurs faibles de résistances et de courants de polarisation du détecteur et cela limite les performances des détecteurs. Pour contourner ce problème (sans changer l'amplificateur), nous avons vérifié la linéarité de la réponse en fonction du courant sur le banc optique (figure 3-49). Pour le méandre 4 μm , nous avons vérifié que la réponse est linéaire jusqu'à 8,32 μA , et pour le méandre 6 μm jusqu'à 13,3 μA . Nous pouvons alors extrapoler les mesures de sensibilités infrarouges réalisées à 1 μA à des courants de polarisation plus élevés. Les résultats sont donnés dans le tableau 3-19.

Méandres	Courant de polarisation (μA)	Sensibilité 3-5 μm (V / W)	Sensibilité 8-12 μm (V / W)
4 μm	8,32	11049	5042
6 μm	13,3	6650	3219

tableau 3-19: Sensibilités infrarouges des méandres 4 et 6 μm déduites de la linéarité.

5 - Bande passante.

La bande passante ne dépend pas de la longueur d'onde de la radiation incidente. Puisque la fréquence de modulation est limitée à 3 Hz avec le corps noir, nous l'avons mesurée avec la diode laser. De la même façon que pour les ponts, nous avons reporté les fonctions de transfert de la réponse optique sur la figure 3-50. Nous nous attendons à ce que toutes les fréquences de coupure soient identiques puisque la bande passante d'un méandre doit être égale à la bande passante d'un brin, et que la bande passante d'un brin ne dépend pas de la largeur (paragraphe III-6-a). Les valeurs mesurées sont du même ordre de grandeur. Dans la dernière ligne du tableau 3-20, nous avons ramené les valeurs mesurées sur les méandres, de longueur de brin 105 μm , à une longueur de 100 μm afin de les comparer aux ponts. La fréquence de coupure mesurée sur les ponts de longueur 100 μm était d'environ 330 Hz. Les fréquences de coupure des méandres ont une valeur moyenne 290 Hz, plus faible que celle attendue d'après les ponts. Puisque $\tau = C / G$, cela confirme l'observation que nous avons faite sur les conductances thermiques des méandres également trop faibles.

Méandres	4 μm	6 μm	8 μm	10 μm
Fréquences de coupure à -3 dB	282	313	209	246
$f_c \times 105^2/100^2$	311	345	230	271

tableau 3-20: Fréquences de coupure à -3 dB mesurées sur chaque méandre.

6 - Mesures de bruit.

a) Mesures brutes.

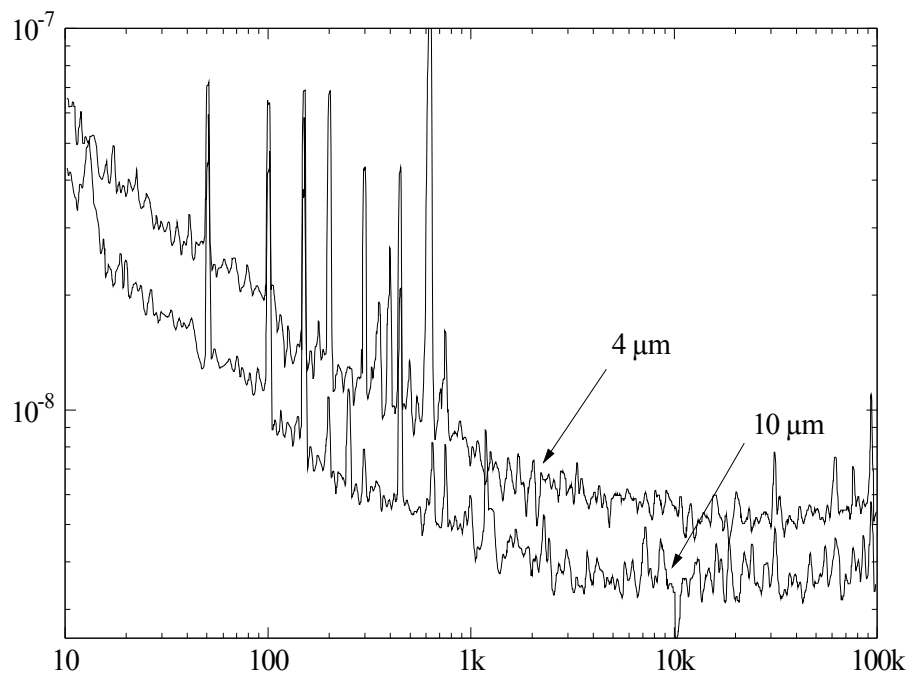


figure 3-51: Spectre des densités spectrales de bruit des méandres 4 et 10 μm ($I=1\mu\text{A}$).

Sur la figure 3-51, nous avons reporté les spectres de densité spectrale de bruit des méandres 4 et 10 μm . Ils sont mesurés directement en sortie du préamplificateur avec un courant de polarisation de 1 μA et ramenés au niveau du méandre. Pour des raisons de clarté, nous n'avons pas montré les deux autres courbes des méandres 6 et 8 μm . Dans le tableau 3-21, nous avons reporté les valeurs de bruit blanc des détecteurs, déduites de la formule (3-34), c'est à dire où la contribution du bruit de l'amplificateur est soustrait. Nous les comparons aux sources de bruit de phonons $e_p^2 = 4k_B T^2 G S^2$ et de Johnson $e_j^2 = 4k_B T R$. Les calculs montrent à nouveau que le bruit mesuré peut s'expliquer par la somme des contributions des bruits de Johnson et de phonons.

Méandres	T (K)	R (Ω)	Bruit mesuré (nV / $\sqrt{\text{Hz}}$)	$e_j = \sqrt{4kTR}$ (nV / $\sqrt{\text{Hz}}$)	$\sqrt{e_j^2 + e_p^2}$ (nV / $\sqrt{\text{Hz}}$)
4 μm	83,6	1399	5,26	2,54	5,8
6 μm	83,7	1111	4,71	2,27	3,3
8 μm	83,7	803	2,87	1,93	2,9
10 μm	83,7	791	3,30	1,91	2,6

tableau 3-21: Bruit blanc mesuré à $I=1\mu\text{A}$ et comparaison au bruit de Johnson et de phonons

b) Mesures avec commutation du courant de polarisation.

Sur les mesures brutes de la figure 3-51, nous observons un bruit en $1/f$ jusqu'à quelques kHz. En traitant le signal, nous pouvons montrer qu'il ne s'agit pas du bruit du détecteur mais de celui de l'amplificateur. Afin de s'affranchir du bruit en $1/f$ de l'amplificateur, nous cherchons à travailler dans sa zone de bruit blanc en modulant le courant de polarisation I à une fréquence f_0 suffisamment grande. Une détection synchrone et un filtrage passe bas permet ensuite de revenir au signal initial, sur lequel nous mesurons le bruit avec l'analyseur de spectre. Le dispositif de mesure est schématisé sur la figure 3-52.

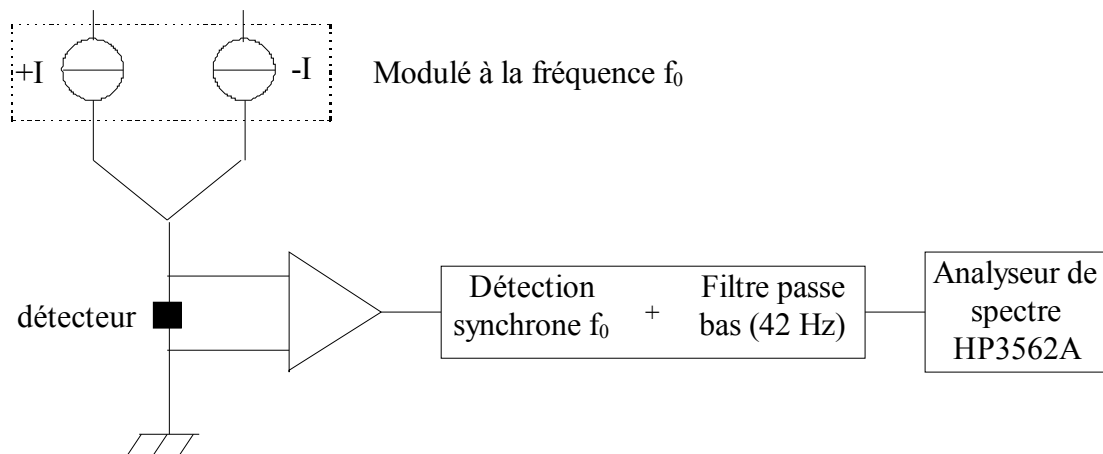


figure 3-52: Schéma électrique du dispositif de mesure du bruit en commutation de courant.

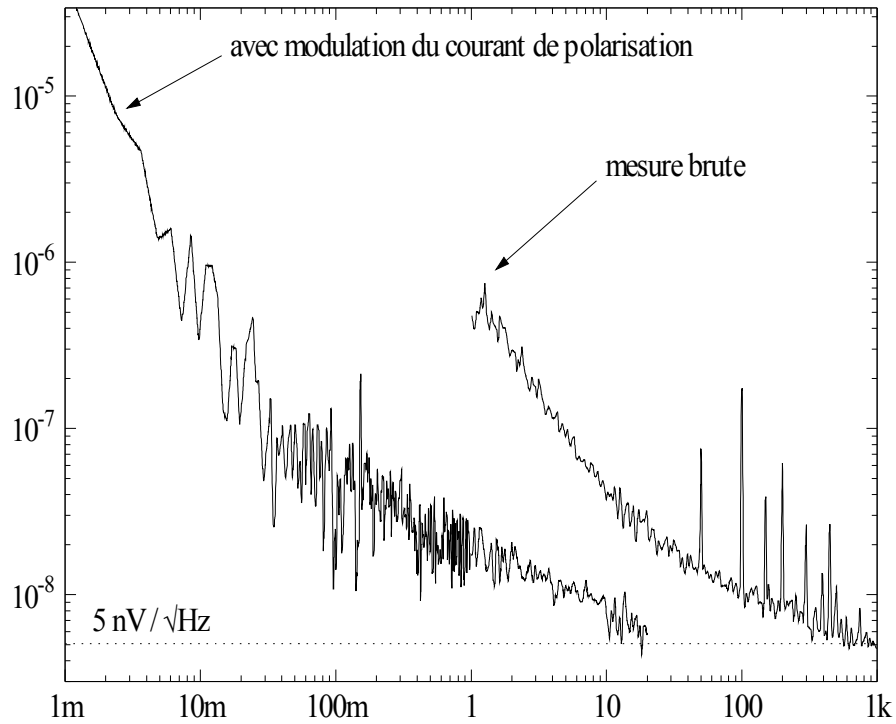


figure 3-53: Comparaison entre la mesure de bruit brute et avec la commutation de courant sur le méandre $4 \mu\text{m}$

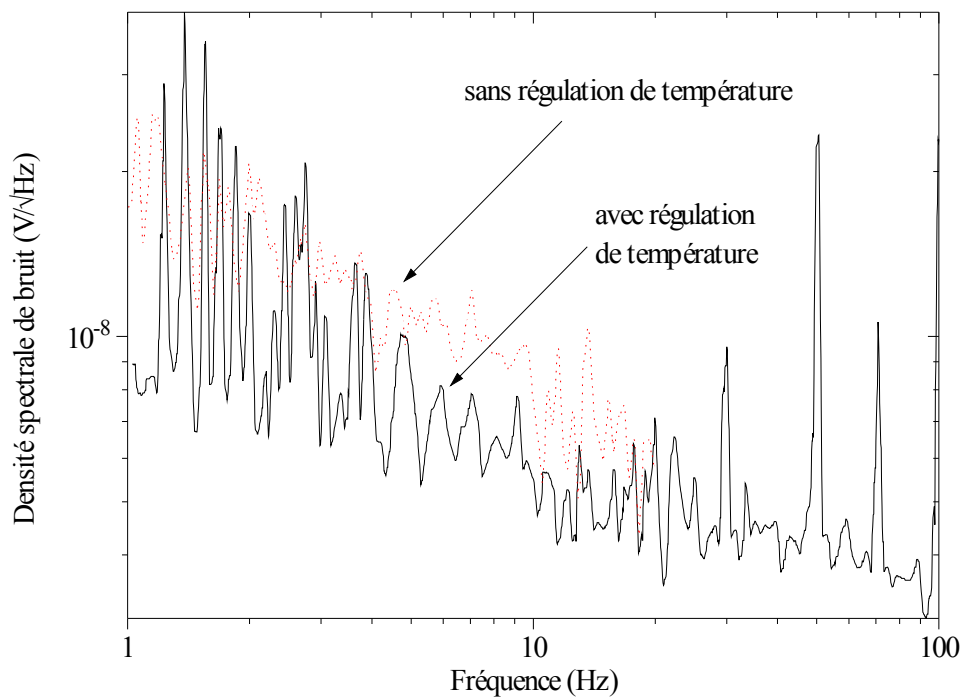


figure 3-54: Comparaison entre la mesure de bruit avec et sans régulation de température, avec commutation du courant de polarisation.

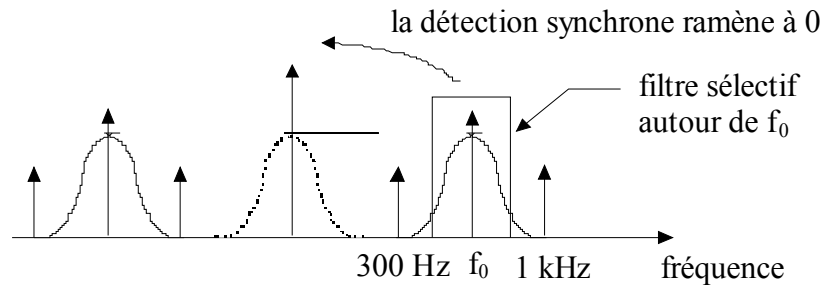


figure 3-55: Représentation de la mesure dans l'espace des fréquences.

Dans notre cas, le signal de tension aux bornes du détecteur est bruité par le signal à 1 kHz du système de régulation en température que nous allons utiliser par la suite. Le signal modulé est alors constitué des composantes en $kf_0 \pm (k' \times 1 \text{ kHz})$ avec $k, k' = 1, 3, 5, \dots$. Il est donc indispensable de précéder le détecteur synchrone d'un filtre sélectif au voisinage de $\pm f_0$ afin de rejeter les composantes harmoniques indésirables du signal. Le principe de la mesure est représenté dans l'espace des fréquences sur la figure 3-55.

Sur la figure 3-53, nous avons reporté les spectres de bruit du méandre 4 μm , mesurés directement ou en modulant le courant de polarisation selon un signal carré d'amplitude 0,5 μA crête à la fréquence 700 Hz. Nous avons utilisé un filtre passe bas à la fréquence 42 Hz à l'entrée de détection synchrone. Le signal a été enregistré en fonction du temps et transformé ensuite en spectre en fréquence. La mesure démontre que si on élimine le bruit en $1/f$ de l'amplificateur, le domaine de bruit en $1/f$ est décalé vers les basses fréquences. Le bruit du détecteur peut donc être pris égal à sa valeur de bruit blanc, $5 \text{ nV} / \sqrt{\text{Hz}}$ dans le cas du méandre 4 μm , au dessus de la fréquence 20 Hz. Cela nous permettra de déduire effectivement le NEP des détecteurs.

c) Mesures avec la régulation de température

Les fluctuations de température sont également responsables des composantes de bruit à basse fréquence. Pour cela, nous avons utilisé, en plus de la commutation du courant de polarisation, une régulation de température très performante développée à Caen dans le cadre de la thèse d'Emmanuel Lesquey [0, 0]. Elle utilise comme thermomètre la variation en fonction de la température du courant critique d'un micropont supraconducteur.

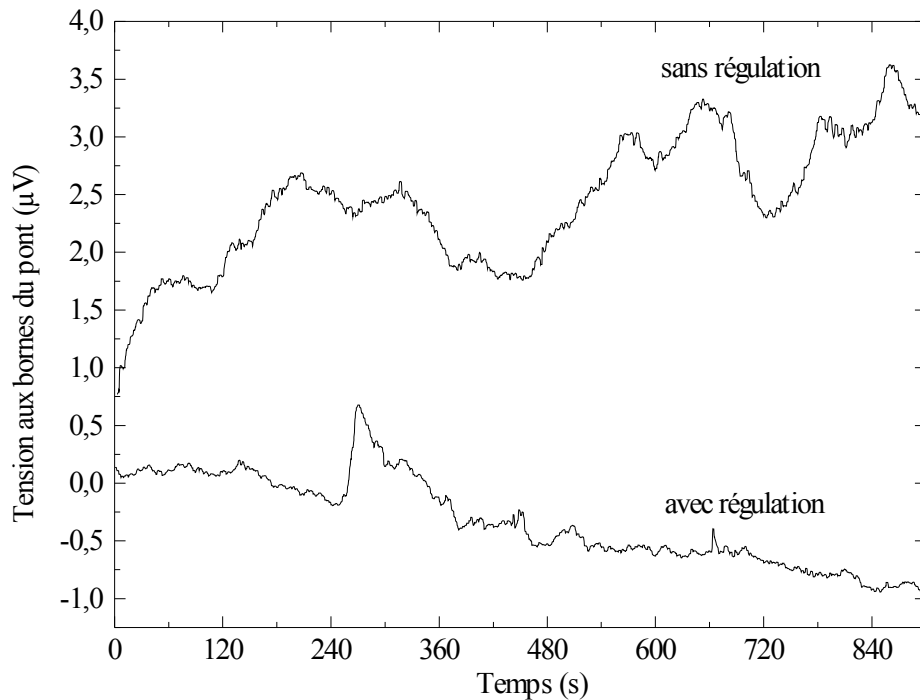


figure 3-56: Evolution de la tension aux bornes du méandre avec et sans la régulation de température.

Nous observons sur la figure 3-54 que la régulation de température permet de diminuer encore le bruit en $1/f$. Il existe des pics de bruit supplémentaires entre 1 et 5 Hz, qui sont la conséquence du système de régulation. Sur la figure 3-56, nous visualisons directement les fluctuations de tension du méandre en fonction du temps. Il apparaît que la régulation apporte une meilleure stabilité. Les fluctuations sont de l'ordre de $1 \mu\text{V}$, soit 2Ω puisque le courant crête est $0,5 \mu\text{A}$. On estime alors les fluctuations de température à $300 \mu\text{K}$ ($dR/dT = 6611,25 \Omega/K$). Ses valeurs pourraient être améliorées en adaptant mieux l'électronique de régulation à la valeur de la résistance du méandre ($1 \text{ k}\Omega$), qui est plus élevée que les valeurs de résistances habituelles.

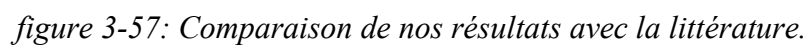
7 - Performances des méandres: sensibilité, bande passante, NEP et détectivité

Nous disposons maintenant de toutes les données nécessaires à la détermination des caractéristiques des détecteurs. Les résultats sont reportés dans le tableau 3-22. Le courant de polarisation I_{DC} est choisi juste en dessous des conditions d'emballage thermique, qui vaut 9,7 et 17,8 μA pour les méandres 4 et 6 μm respectivement. Le NEP infrarouge est le rapport de la densité spectrale de bruit sur la sensibilité infrarouge, mesurées avec un courant de polarisation de 1 μA . Puisque nous avons toujours raisonné par rapport à une surface de pixel carré de taille $100 \times 100 \mu m^2$, nous calculons la détectivité spécifique comme:

$$D^* = \frac{\sqrt{100 \times 100 \times 10^{-8}}}{NEP_{\text{infrarouge}}} \text{ en cm}\sqrt{\text{Hz}} / W \quad (3-54)$$

Méandre	Temps de réponse μs	I_{DC} proche emballage μA	λ μm	Sensibilité IR V / W	NEP Infrarouge W / $\sqrt{\text{Hz}}$	Détectivité D^* cm $\sqrt{\text{Hz}}$ / W	$D^* / \sqrt{\tau}$ cm/J
4 μm	564	9 μA	3-5	11950	$4,0 \cdot 10^{-12}$	$2,5 \cdot 10^9$	$1,1 \cdot 10^{11}$
			8-12	5450	$8,7 \cdot 10^{-12}$	$1,1 \cdot 10^9$	$4,6 \cdot 10^{10}$
6 μm	508	17 μA	3-5	8500	$9,4 \cdot 10^{-12}$	$1,1 \cdot 10^9$	$4,9 \cdot 10^{10}$
			8-12	4115	$1,9 \cdot 10^{-11}$	$5,3 \cdot 10^8$	$2,3 \cdot 10^{10}$

tableau 3-22: Résumé des caractéristiques des méandres dans les gammes de longueur d'onde 3-5 et 8-12 μm à 85 K à un courant de polarisation I_{DC} choisi juste en dessous des conditions d'emballage thermique.



VI -Conclusion.

1 - Comparaison à la littérature.

Sur la figure 3-57, nous avons rassemblé les résultats de la littérature concernant les bolomètres YBaCuO, et ceux que nous avons obtenus sur les méandres et les ponts. Afin de comparer les performances dans leur ensemble, nous avons reporté les détectivités D^* en fonction du temps de réponse τ . Aux bolomètres suspendus que nous avons décrits dans le chapitre 1, nous avons ajouté les résultats synthétisés par Pierre Langlois dans sa thèse [38], et référencés de [131] à [145]. Nos valeurs de détectivités approchent les meilleurs résultats publiés sur des bolomètres à haute température critique (chapitre 1). Le point fort de nos détecteurs est alors le faible temps de réponse que nous obtenons grâce aux faibles capacités calorifiques mises en jeu. Le trait pointillé représente notre meilleur résultat obtenu avec le méandre 4 μm : $D^*/\sqrt{\tau} = 1,1 \cdot 10^{11} \text{ cm} / \text{J}$. Il est de l'ordre du meilleur rapport, égal à $1,9 \cdot 10^{11} \text{ cm} / \text{J}$, reporté au chapitre 1 pour Neff et al [53] et rejoint les performances du LEI en 1993, obtenues sur un substrat de MgO [131]. Le pont SIMOX et les autres ponts et méandres GIR, avec des rapports $D^*/\sqrt{\tau}$ compris entre $2,3 \cdot 10^{10}$ et $5,2 \cdot 10^{10} \text{ cm} / \text{J}$ montrent également des performances parmi les meilleures.

2 - Situation de nos résultats par rapport à Barth et al. [58]

La valeur de détectivité spécifique D^* de notre méandre 4 μm est environ 13 fois meilleure que celles de Barth et al [58]; $2,5 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$ par rapport à $1,9 \cdot 10^8 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$. Puisque nous utilisons la même technologie de fabrication, il est intéressant de comparer de façon détaillée ces résultats afin d'expliquer cet écart. Il est malheureusement impossible de comparer point par point car les mesures de $R(T)$, de conductance thermique, de sensibilité et de bruit reportées par Barth ont été faites sur des méandres de dimensions différentes. Les largeurs de pistes sont toujours de 3 μm , mais le $R(T)$ est donné pour un méandre de longueur 21 μm , G sur un méandre de longueur 70 μm , la sensibilité optique et le bruit sont mesurés sur un motif de 140 μm de long, dont on ne précise pas si c'est un pont ou un méandre. Cependant, nous pouvons faire quelques constatations, par comparaison à notre méandre 4 μm :

- la qualité du film d'YBaCuO: le film YBaCuO de Barth est de moins bonne qualité. La perte est d'un facteur 6 environ sur le coefficient de température, mais revient à 2 sur la sensibilité si l'on considère le courant de polarisation utilisable.

	$T_c (R = 0)$	ΔT	$\frac{1}{R} \times \frac{dR}{dT} (K^{-1})$
Barth et al.	77 K	2,5 K	0,4
Méandre 4 μm	83 K	1,5 K	2,64

tableau 3-23: Comparaison de la qualité des films d'YBaCuO

- la géométrie: nous estimons que le méandre considéré par Barth est un pixel constitué de 6 brins de largeur de piste 3 μm , de dimensions 35 $\mu m \times 43 \mu m$. Les intervalles entre chaque piste ne sont pas indiqués clairement dans l'article, mais la photographie montrée indique qu'ils sont de même dimension, sinon plus grands, que les pistes. Le facteur de remplissage géométrique et la surface considérée dans le calcul de la détectivité se trouvent diminuée. Nous évaluons la perte due au facteur de remplissage à 1,7, et celle due à la plus petite surface de détection à 2,5.

L'accumulation de toutes ces pertes vaut 8,5. De plus, l'épaisseur de la membrane de Barth est plus faible que la nôtre: 35 nm d'YBaCuO + 50 nm d' Y_2O_3 / YSZ, contre 40 nm d'YBaCuO + 80 nm de CeO_2 / YSZ. Cela peut avoir pour conséquence de réduire l'absorption de sa structure. L'écart observé entre nos performances et celles de Barth s'explique donc en grande partie par une meilleure optimisation de la surface de détection et un film d'YBaCuO de meilleure qualité.

3 - Conclusion et perspectives.

Nos résultats démontrent la faisabilité de bolomètres YBaCuO suffisamment sensibles, sous réserve de les adapter à la longueur d'onde à détecter, pour répondre aux besoins des observations spatiales. Celles-ci demandent des NEP inférieurs à $10^{-12} W / \sqrt{Hz}$, comme l'indique Chance en référence [35], ou encore des détectivités supérieures à $7,0 \cdot 10^9 cm \sqrt{Hz} / W$ comme l'indique Brasunas en référence [30].

La valeur électrique du NEP permet de déterminer les performances intrinsèques de la structure réalisée, indépendamment de l'absorption du rayonnement ou des pertes liées à la géométrie. Nous le calculons comme le rapport de la densité spectrale de bruit sur la sensibilité électrique mesurées avec un courant de polarisation de 1 μA . Pour le méandre de largeur de piste 4 μm que nous avons réalisé, il vaut $4,9 \cdot 10^{-13} W / \sqrt{Hz}$. On remarque

d'ailleurs que les performances sont limitées par le bruit de phonons $\sqrt{4k_B T^2 G}$. Le méandre possède en effet une conductance thermique de $6,17 \cdot 10^{-7} \text{ W / K}$, ce qui équivaut à une valeur de NEP de $4,8 \cdot 10^{-13} \text{ W} / \sqrt{\text{Hz}}$.

Ce travail doit maintenant s'orienter dans deux directions parallèles:

- une optimisation de l'absorption à des plus grandes longueurs d'onde, par l'usage d'une couche absorbante ou d'une antenne.
- une mise au point de la technologie SIMOX qui s'est révélée prometteuse et qui pourrait améliorer le rapport $D^*/\sqrt{\tau}$ de $0.144 \times \sqrt{75} = 1,24$, en ne tenant compte que des caractéristiques électriques, d'après les mesures du paragraphe 7.

D'autre part, nous n'avons pas considéré les possibilités de matricage des pixels que nous avons réalisés, et l'association des ces détecteur à une électronique. Ce sont deux points importants en vue de l'optimisation d'un détecteur.

CONCLUSION GENERALE

Nous avons démontré la faisabilité technologique de bolomètres suspendus YBaCuO par différentes techniques de micro-usinage du substrat de silicium. Les films d'YBaCuO obtenus sur silicium avec la double couche tampon CeO_2 / YSZ sont texturés dans la direction c, ne possèdent qu'une seule orientation dans le plan et présentent de très bonnes caractéristiques électriques: leur température critique mesurée à résistance nulle vaut 88 K, et leur densité de courant critique dépasse $10^6 \text{ A} / \text{cm}^2$ à 77 K.

La gravure ionique réactive du substrat de silicium a permis la réalisation d'un grand nombre d'échantillons. Nous avons alors vérifié la validité des équations déduites du modèle d'écoulement de la chaleur en les confrontant aux mesures sur des lignes suspendues de différentes dimensions.

La technique de fabrication utilisant un substrat SIMOX s'est révélée très peu dégradante pour l'YBaCuO et très prometteuse. Même si les problèmes de collage de la membrane sur le fond du substrat rencontrés lors de la fabrication ont limité le nombre d'échantillons testés, nous avons montré que le produit de la sensibilité par la bande passante d'un détecteur fabriqué sur SIMOX peut être meilleur d'un ordre de grandeur environ par rapport à un détecteur de mêmes dimensions fabriqué par GIR.

Enfin, l'étude du comportement électro-thermique des lignes suspendues nous a permis de définir une géométrie de détecteur optimisé. Le pixel, qui présente une surface de détection de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$, est un méandre constitué de 17 brins de largeur de piste $4 \mu\text{m}$ et fabriqué par la technique GIR. Ses performances, mesurées à 85 K dans la gamme de longueur d'onde 3-5 μm , sont au niveau des meilleures publiées:

$$\text{Sensibilité (3-5 } \mu\text{m)} = 11950 \text{ V} / \text{W}$$

$$\text{Temps de réponse } \tau = 564 \mu\text{s}$$

$$\text{NEP optique} = 4,0 \cdot 10^{-12} \text{ W} / \sqrt{\text{Hz}}$$

$$\text{Détektivité } D^* = 2,5 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W} .$$

L'amélioration des performances est envisageable dans le domaine des longueurs d'onde supérieures à 100 μm en utilisant une antenne planaire, et dans le plus proche infrarouge, en ajoutant une couche absorbante à la longueur d'onde de l'application envisagée. Parallèlement, la technique de fabrication sur substrats SIMOX pourrait être rendue plus sûre en utilisant d'autres types de substrat SOI.

ANNEXES

ANNEXE A

TABLE DE CORRESPONDANCE ENTRE LES UNITES

Unités de longueurs et d'énergie:

	cm^{-1}	μm	GHz	meV	K	erg
1 cm^{-1} =	1	10^4	30	$1,2 \cdot 10^{-1}$	1,4	$2,0 \cdot 10^{-16}$
1 μm =	10^4	1	$3,0 \cdot 10^5$	$1,2 \cdot 10^3$	$1,4 \cdot 10^4$	$2,0 \cdot 10^{-12}$
1 GHz =	$3,3 \cdot 10^{-2}$	$3,0 \cdot 10^5$	1	$4,1 \cdot 10^{-3}$	$4,8 \cdot 10^{-2}$	$6,6 \cdot 10^{-18}$
1 meV =	8,1	$1,2 \cdot 10^3$	$2,4 \cdot 10^2$	1	12	$1,6 \cdot 10^{-15}$
1 K =	$6,9 \cdot 10^{-1}$	$1,4 \cdot 10^4$	21	$8,6 \cdot 10^{-2}$	1	$1,4 \cdot 10^{-16}$
1 erg =	$5,0 \cdot 10^{15}$	$2,0 \cdot 10^{-12}$	$1,5 \cdot 10^{17}$	$6,2 \cdot 10^{14}$	$7,3 \cdot 10^{15}$	1

Unités de pression:

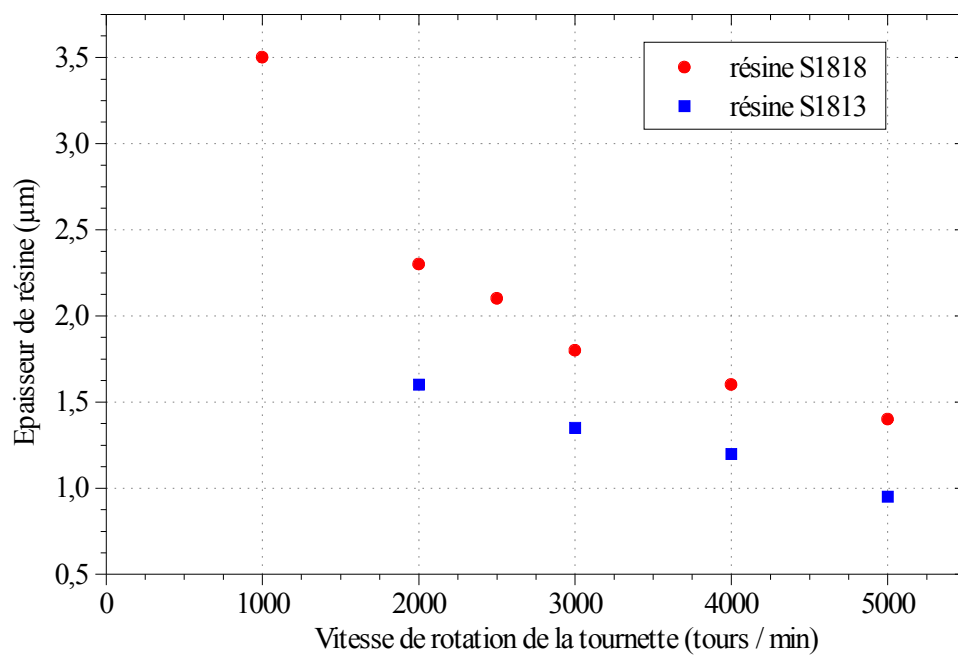
$$1 \text{ Pa} = 10^{-2} \text{ mbar}$$

$$1 \text{ mbar} = 0,75 \text{ Torr}$$

$$1 \text{ Pa} = 7,5 \cdot 10^{-3} \text{ Torr}$$

ANNEXE B

EPAISSEUR DE RESINE EN FONCTION DE LA VITESSE DE LA TOURNETTE

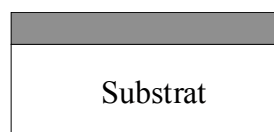


ANNEXE C

PROCEDE DE LIFT-OFF

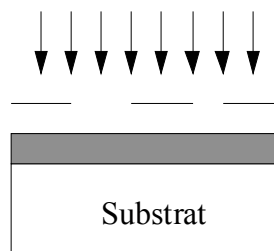
Le procédé de lift-off est très souvent utilisé pour définir les plots de contact, d'or ou d'argent. Il comprend les étapes suivantes:

a) Etalement d'une résine photosensible



Résine

b) Insolation de la couche de résine à travers le masque

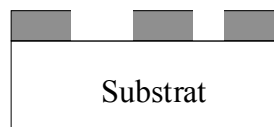


Lumière UV

Masque

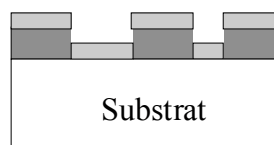
Résine

c) Développement de la résine



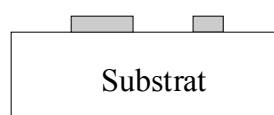
Résine

d) Dépôt d'un film sur le masque de résine



Film
Résine

e) Elimination de la résine par dissolution dans l'acétone, laissant apparaître les motifs dans le film



Film

ANNEXE D

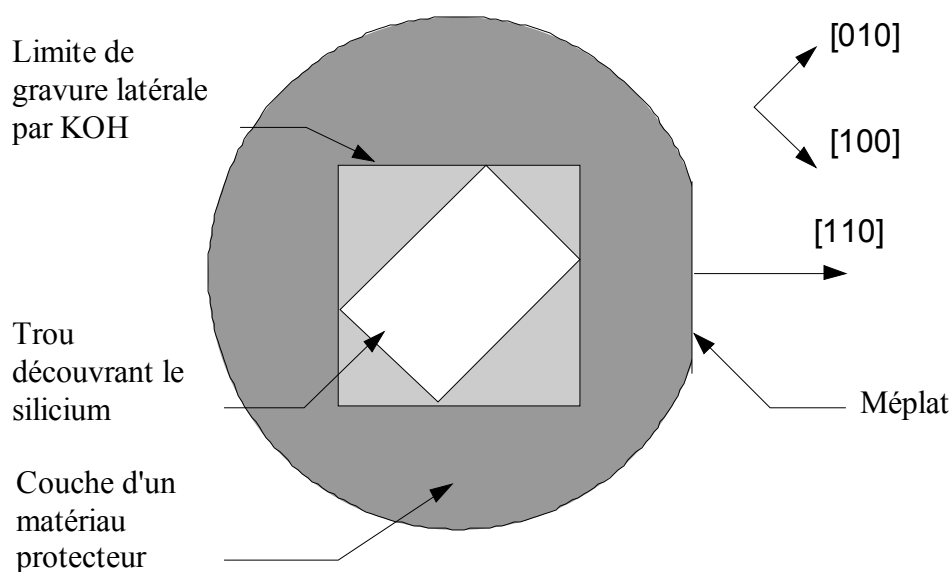
PROJECTION STEREOGRAPHIQUE DES POLES HKL

Une projection stéréographique est une façon de représenter une structure cristallographique sur un plan. La normale à chaque plan de la structure est projetée sur une sphère extérieure. La projection est ensuite construite en prenant l'intersection du plan équidistant des pôles (le plan (001)) avec chaque droite passant par un des points construits précédemment et par le pôle sud de la sphère.

ANNEXE E

RECONNAISSANCE DES ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES SUR UNE PLAQUETTE DE SILICIUM MONOCRISTALLIN (001)

Sur une plaquette de silicium (001), le méplat est perpendiculaire à la direction [110], qui est la direction de clivage.



ANNEXE F

SCHEMA ELECTRIQUE DE L'AMPLIFICATEUR

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1]G. Waysand, J. Matricon, *"La guerre du froid; Une histoire de la supraconductivité"*, Ed. Seuil Science Ouverte (1994)
- [2]H. Kammerlingh Onnes, *"Further experiments with liquid helium"*, Leiden comm. (1991)
- [3]W. Meissner, R. Ochsenfeld, *Naturwissenschaften* **21** p787 (1933)
- [4]L.N. Cooper, *"Bound electron pairs in a degenerate Fermi gas"*, *Phys. Rev.* **104** p1189 (1956)
- [5]J. Bardeen, L.N. Cooper, J.R. Schrieffer, *"Theory of superconductivity"*, *Phys. Rev.* **108** p1175 (1957)
- [6]B.D. Josephson, *"Possible new effects in superconductive tunnelling"*, *Phys. Letters* **1**, p251 (1962)
- [7]J.G. Berdnos, K.A. Muller, *"Possible HT_c superconductivity in the BaLaCuO system"*, *Z. Phys. B* **64**, p189 (1986)
- [8]W.C. Chu, *"Superconductivity at higher temperature in the HgBaCaCuO compound system"*, *Journal of Superconductivity* **7-1** p1 (1994)
- [9]E.V. Antipov, S.N. Putilin, E.M. Kopnin, J.J. Caponi, C. Chaillout, S.M. Loureiro, M. Marezio, A. Santoro, *"Mercury-based copper mixed-oxide superconductors"*, *Physica C* **235-340** p 21 (1994)
- [10]L. Gao et al., *"Superconductivity up to 164 K in $HgBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+2+d}$ ($n=1,2$ and 3) under quasi hydrostatic pressure"*, *Phys. Rev. B* **50**, 6, p4260 (1994)
- [11]J.L. Tholence et al., *"Resistive and magnetic anomalies in High T_c cuprates"*, *Physica C*, **235-240** p1545 (1994)
- [12]M. Lagües et al., *"Possible superconductivity at 250 K in a cuprate film deposited by an imposed sequence of atomic layers"*, *Science* **262** p1850 (1993)
- [13]*"High temperature superconductors: Ready for the market?"*, OE Reports, publié par SPIE (octobre 1990)
- [14]*"High-Temperature Superconductivity in Perspective"*, stock number 052-003-01187-5
- [15]Techniques de l'Ingénieur, Supraconducteurs (1996)
- [16]Conductus Inc., Palo Alto, CA (USA)
- [17]Hypres Inc., Elmsford, NY (USA)
- [18]M.C. Cyrille, *"Etude et réalisation de SQUID DC pour l'amplification RMN"*, Thèse de l'Université Joseph Fourier, Grenoble 1 (1996)
- [19]F. Desvignes, *"DéTECTEURS de rayonnement"*, Techniques de l'Ingénieur, E-320 (1993)

- [20]A. Hadni, *Infrared MM Waves* **8** p173 (1983)
- [21]U. Birkholz, R. Fettig, J. Rosenzweig, *Sensors and Actuators* **12** p179 (1987)
- [22]C. Lucas, D. Amingual, J.P. Chatard, *"Recent developments in low temperature infrared detectors"*, *J. Phys. IV* **4** C6-177 (1994)
- [23]N. Beaudet, *"Couplage d'un microthermomètre supraconducteur à haute température critique à une antenne métallique large bande pour ondes submillimétriques"*, DEA Instrumentation et Commande, Université de Caen (1994)
- [24]P.L. Richards, *"Bolometers for infrared and millimeter waves"*, *J. Appl. Phys.* **76** (1) p1 (1994)
- [25]W.S. Boyle, K.F. Rogers, *"Performance characteristics of a new low temperature bolometer"*, Jr., *J. Opt. Soc. Am.* **49** p66 (1959)
- [26]F.J. Low, *"Low temperature Germanium bolometer"*, *J. Opt. Soc. Am.* **51** p1300 (1961)
- [27]J. Clarke, G.I. Hoffer, P.L.Richards, *"Superconducting tunnel junction bolometers"*, *Rev. Phys. Appl.* **9** p69 (1974)
- [28]P.M. Downey, A.D. Jeffries, S.S. Meyer, R. Weiss, F.J. Bachner, J.P. Donnelly, W.T. Lindley, R.W. Mountain, D.J.S. Siversmith, *"Monolithic silicon bolometers"*, *Appl. Opt.* **23** p910 (1984)
- [29]R. Hanel et al., *"Infrared spectrometer for Voyager"*, *Appl. Opt.* **19** p1391 (1980)
- [30]J. Brasunas, V. Kunde, H. Moseley, B. Lakew, *"Upcoming planetary missions and the applicability of high temperature superconductor bolometers"*, *SPIE vol. 1292*, p155 (1990)
- [31]A. Tebo, *"High-temperature superconducting detectors: bolometric and nonbolometric"*, OE reports, publié par SPIE, n°132 (décembre 1994)
- [32]P.L. Richards, J. Clarke, R. Leoni, Ph. Lerch, S. Verghese, M.R. Beasley, T.H. Geballe, R.H. Hammond, P. Rosenthal, S.R. Spielman, *"Feasibility of the high T_c superconducting bolometer"*, *Appl. Phys. Lett.* **54** (3) p283 (1989)
- [33]B.E. Cole, *"High T_c Superconducting infrared bolometric detector"*, *SPIE vol. 1394*, p126 (1990)
- [34]S. Verghese, P.L. Richards, K. Char, D.K. Fork, T.H. Geballe, *"Feasibility of infrared imaging arrays using high-T_c superconducting bolometers"*, *J. Appl. Phys.* **71** (6) p2491 (1992)

- [35]K. Chance, J.J. Wijnbergen, W. Schneider, J. P. Burrows, *"The OHIO concept: A baseline design for satellite-based measurements of stratospheric OH"*, SPIE vol. 2159, p21 (1994)
- [36]D.B. Fenner, Q. Li, R. M. Carengelo, W.D. Hamblen, D.G. Hamblen, J. Luo, *"Epitaxial YBCO bolometer arrays on silicon windows"*, ISEC'93
- [37]D.B. Fenner, Q. Li, R.M. Carangelo, D.G. Hamblen, P-J. Kung, J.I. Budnick, *"Infrared bolometer and silicon-etalon arrays for transform spectrometer on-a-chip"*, EUCAS'95, Edinburgh (1995)
- [38]P. Langlois, *"Réalisation et caractérisation de capteurs optiques à partir de films minces supraconducteurs à haute température critique"*, Thèse de l'Université de Caen (1993)
- [39]P. Langlois, D. Robbes, M. Lam chok Sing, C. Gunther, D. Bloyet, J.F. Hamet, R. Desfeux, H. Murray, *"Superconducting fast microbolometers operating below their critical temperature"*, J. Appl. Phys. **76** (6) p3858 (1994)
- [40]M.I. Flik, Z.M. Zhang, K.E. Goodson, *"Intrinsic superconducting radiation detector"*, Appl. Phys. Lett. **62** (22) p2862 (1993)
- [41]M.C. Foote, B.R. Johnson, B.D. Hunt, *"Transition edge YBa₂Cu₃O_{7-x} microbolometers for infrared staring arrays"*, SPIE vol. 2159, p2 (1994)
- [42]J.M. Depond, *"Films minces supraconducteurs à haute température critique: modélisations électriques et thermiques appliquées à l'élaboration et à la conception de bolomètres"*, Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie (1994)
- [43]S. Verghese, P.L.Richards, K. Char, S.A. Sachtjen, *"Fabrication of a high T_c superconducting bolometer"*, SPIE vol. 1292, p137 (1990)
- [44]S. Verghese, P.L.Richards, K. Char, S.A. Sachtjen, *"Fabrication of an infrared bolometer with a high T_c superconducting thermometer"*, IEEE Trans. Magn. vol. 27, n° 2, p3077 (1991)
- [45]S. Verghese, P.L. Richards, S.A. Sachtjen, K. Char, *"Sensitive bolometers using high-T_c superconducting thermometers for wavelengths 20-300 μm"*, J. Appl. Phys., **74** (6) p4251 (1993)
- [46]J.C. Brasunas, B. Lakew, *"High T_c superconductors bolometer with record performance"*, Appl. Phys. Lett. **64** (6) p777 (1994)
- [47]Q. Li, D.B. Fenner, W.D. Hamblen, D.G. Hamblen, *"Epitaxial YBa₂Cu₃O_{7-y} bolometers on micromachined windows in silicon wafers"*, Appl. Phys. Lett. **62** (19) p2428 (1993) et D.B. Fenner, Q. Li, W.D. Hamblen, M.E. Johansson, D.G. Hamblen, L.

- Lynds, J.I. Budnick, *"Optical and thermal performance advantages for silicon substrates in YBCO bolometer devices"*, IEEE Trans. Appl. Superconductivity, vol. 3, n°1, p2104 (1993)
- [48] L.P. Lee, M.J. Burns, K. Char, *"Free-standing microstructures of $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$: A high-temperature superconducting air bridge"*, Appl. Phys. Lett. **61** (22) p2706 (1992)
- [49] P.W. Kruse, *"High T_c superconducting IR detectors"*, SPIE vol. 1292, p108 (1990)
- [50] F. Baillieu, G. Delapierre, D. Esteve, *"L'enjeu technologique des microcapteurs"*, La Recherche 248, vol. 23, p1238 (1992)
- [51] S. Verghese, P.L. Richards, D.K. Fork, K. Char, T.H. Geballe, *"Design of high- T_c superconducting bolometers for a far infrared imaging array"*, IEEE Trans. Appl. Superconductivity, vol. 3, n°1, p2115 (1993)
- [52] T.G. Stratton, B.E. Cole, P.W. Kruse, R.A. Wood, K. Beauchamp, T.F. Wang, B. Johnson, A.M. Goldman, *"High-temperature superconducting microbolometer"*, Appl. Phys. Lett. **57** (1) p99 (1990)
- [53] H. Neff, J. Laukemper, I.A. Khrebtov, A.D. Tkachenko, E. Steinbeiss, W. Michalke, M. Burnus, T. Heidenblut, G. Hefle, B. Schwierzi, *"Sensitive high- T_c transition edge bolometer on a micromachined silicon membrane"*, Appl. Phys. Lett. **66** (18) p2421 (1995)
- [54] H. Neff, J. Laukemper, G. Hefle, M. Burnus, T. Heidenblut, W. Michalke, E. Steinbeiss, *"Extended function of a high- T_c transition edge bolometer on a micromachined Si membrane"*, Appl. Phys. Lett. **67** (13) p1917 (1995)
- [55] D.F. Moore, M.I. Lutwyche, N. Fujimaki, K. Gotoh, *"The fabrication of suspended microstructures for devices"*, Supercond. Sci. Technol. **4**, p401 (1991)
- [56] B.R. Johnson, T. Ohnstein, C.J. Han, R. Higashi, P.W. Kruse, R.A. Wood, H. Marsh, S.B. Dunham, *" $YBa_2Cu_3O_7$ superconductor microbolometer arrays fabricated by silicon micromachining"*, IEEE Trans. Appl. Superconductivity, vol. 3, n°1, p2856 (1993)
- [57] J.P. Rice, E.N. Grossman, D.A. Rudman, *"Antenna-coupled high- T_c air-bridge microbolometer on silicon"*, Appl. Phys. Lett. **65** (6) p773 (1994)
- [58] R. Barth, J. Siewert, C. Jaekel, B. Spangenberg, H. Kurz, W. Prusseit, B. Utz, H. Wolf, *"Epitaxial $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ air-bridge microbolometers on silicon substrates"*, J. Appl. Phys. **78** (6) p4218 (1995)
- [59] J. Cheung, J. Horwitz, *"Pulsed laser deposition history and laser-target interactions"*, MRS Bulletin, p30 (February 1991)

- [60]H.M. Smith, A.F. Turner, *"Vacuum deposited thin films using a ruby laser"*, Appl. Opt. **4** p147 (1965)
- [61]S. Nicoletti, *"Elaboration et caractérisation de jonctions Josephson YBaCuO sur joints de grains artificiels"*, Thèse de l'Université Joseph Fourier - Grenoble 1 (1996)
- [62]C. Chabaud-Villard, *"Etudes des mécanismes de l'ablation laser et réalisation de couches et multicouches supraconductrices"*, Thèse de l'Université Joseph Fourier - Grenoble 1 (1992)
- [63]M. Schwerdtfeger, *"Elaboration et caractérisation de multicouches supraconductrices YBaCuO / LaSrCuO"*, Thèse de l'Université Joseph Fourier - Grenoble 1 (1993)
- [64]R. Roy, R. Guo, A.S. Bhalla, L.E. Cross, *"Oriented film growth, "not epitaxy" in HTSC film growth"*, J. Vac. Sci. Technol. A **12** (2) p 269 (1994)
- [65]C. Brizard, G. Rolland, F. Laugier, *"Twinning study of CdTe epitaxial layer by X-ray ϕ -scan measurement"*, J. Appl. Cryst. **26** p570 (1993)
- [66]F. Pourtier-Marty, *"Etude et réalisation de jonctions tunnel et Josephson à partir d'oxydes supraconducteurs à haute température critique"*, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble (1994)
- [67]L. Méchin, J-C. Villégier, G. Rolland, F. Laugier, *"Double CeO₂ / YSZ buffer layer for the epitaxial growth of YBa₂Cu₃O_{7- δ} films on Si (001) substrates"*, PHYSICA C, vol. 269, issue 182 (20 Sept. 1996)
- [68]B. Batlogg, R.J. Cava, C.H. Chen, G. Kourouklis, W. Weber, A. Jayaraman, A.E. White, K.T. Short, E.A. Rietmann, L.W. Rupp, D. Werder, S.M. Zahurak, *"Bulk superconductivity at 60 K in oxygen-deficient Ba₂YC_u₃O_{7- δ} and oxygen isotope effect in La_{1.85}Sr_{0.15}CuO₄"*, Novel Superconductivity, Ed. StuartWolf and Vladimir Kresin, Plenum Press, p653 (1987)
- [69]G. K. Hubler, *"Pulsed laser deposition"*, MRS Bulletin, p26 (February 1992)
- [70]J.M. Philips, *"Substrate selection for thin-film growth"*, MRS Bulletin p35 (April 1995)
- [71]M. Leshelä, H. Moselä, L. Nünistö, Supercond. Sci. Technol. **6** p627 (1993)
- [72]D.K. Fork, D.B. Fenner, R.W. Barton, J.M. Phillips, G.A.N. Connel, J.B. Boyce, T.H. Geballe, *"High critical currents in strained epitaxial YBa₂Cu₃O_{7- δ} on Si"*, Appl. Phys. Lett. **57** 11 (1990) 1161
- [73]F.J. Dunmore, et al., Bull. Amer. Phys. Soc. Vol. 37, p478 (march 1992)
- [74]K. Karrai, et al., *"Critical supersaturation of ³He-⁴He liquid mixtures: decay of metastable states of ultralow temperature"*, Phys. Rev. Lett. **69**, p355 (1992)

- [75]K. Karrai, et al., "*Optical excitation of quasiparticle pairs in the vortex core of high T_c superconductors*", Phys. Rev. Lett. **69**, p152 (1992)
- [76]Th. Matthee, J. Wecker, H. Behner, G. Friedl, O. Eibl, K. Samwer, "*Orientation relationships of epiaxial oxide buffer layers on silicon (100) for high-temperature superconducting $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ films*", Appl. Phys. Lett. **61** (10) p1240 (1992)
- [77]A. Mogro-Camporo, B.D. Hunt, L.G. Turner, M.C. Burell, W.E. Balz, "*YBaCuO superconducting thin films by simultaneous or sequential evaporation*", Appl. Phys. Lett. **52** (7) p584 (1988)
- [78]T. Komatsu, O. Tanaka, K. Matusita, M. Takata, T. Yamashita, "*On the reactions of quenched BaYCuO powders with various metals*", Japan. J. Appl. Phys. **27** pL1025 (1988)
- [79]W.Y. Lee, J. Salem, V. Lee, T. Huang, R. Savoy, V. Deline, J. Duran, "*High T_c $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ thin films on Si substrates by dc magnetron sputtering from a stoichiometric oxide target*", Appl. Phys. Lett. **52** (26) p2263 (1988)
- [80]T. Venkatesan, A.W. Chase, X.D. Wu, A. Inam, C.C. Chang, F.K. Shokoohi, "*Superconducting $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ films on Si*", Appl. Phys. Lett. **53** (3), p243 (1988)
- [81]A. Mogro-Campero, "*A review of high-temperature superconducting films on silicon*", Supercond. Sci. Technol. **3** p155 (1990)
- [82]P. Alnot, R. Cabanel, J. Chazelas, G. Creuzet, D. Dieumegard, J.P. Ganne, G. Garry, R. Kormann, J.C. Mage, J. Olivier, I. Zaquine, P. Beauvillain, C. Chappert, "*Superconducting thin films of YBaCuO compounds deposited on silicon and Al_2O_3 substrates*", Solid State Commun. **67** p275 (1988)
- [83]N.W. Cody, W. Sudarsan, R. Solanki, "*Rapid thermal anneal of sprayed $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ slurry*", Appl. Phys. Lett. **52** (18) p1531 (1988)
- [84]P. Berberich, J. Tate, W. Dietsche, H. Kinder, "*Low temperature preparation of superconducting $YBa_2Cu_3O_{7.8}$ films on Si, MgO, and $SrTiO_3$ by thermal coevaporation*", Appl. Phys. Lett. **53** p925 (1988)
- [85]J. Tate, P. Berberich, W. Dietsche, H. Kinder, J. Less-Commun. Met. **151** p311 (1989)
- [86]C.A. Copetti, H. Soltner, J. Schubert, W. Zander, O. Hollricher, Ch. Buchal, H. Schultz, N. Tellmann, N. Klein, "*High quality epitaxy of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ on silicon-on-sapphire with the multiple buffer layer YSZ/ CeO_2* ", Appl. Phys. Lett. **63** 10 (1993) 1429
- [87]R. Aguiar, F. Sanchez, D. Peiro, C. Ferrater, M. Valera, " *$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ thin films on double buffer layers on Si (100)*", Physica C 235-240, 647 (1994)

- [88]G.L. Skofronick, A.H. Carim, S.R. Foltyn, R.E. Muenchausen, *"Interfacial reaction products and film orientation in $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ on zirconia substrates with and without CeO_2 buffer layers"*, J. Mater. Res. **8** 11 (1993) 2785
- [89]A. Mogro-Campero, L.G. Turner, *"Thin films of Y-Ba-Cu-O on silicon and silicon dioxide"*, Appl. Phys. Lett. **52** (14), p1185 (1988)
- [90]K. Harada, N. Fujimori, S. Yazu, *"Y-Ba-Cu-O thin film on Si substrate"*, Japan. J. Appl. Phys. Vol.27, n°8, pL1524 (1988)
- [91]X.D. Wu, A. Inam, M.S. Hedge, B. Wilkens, C.C.Chang, D.M. Hwang, L. Nazar, T. Venkatessan, *"High critical currents in epitaxial $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ thin films on silicon with buffer layers"*, Appl. Phys. Lett. **54** (8), p754 (1989)
- [92]D. Chin, T. Van Duzzer, W. L. Hansen, K. M. Yu, W. F. Stickle, S.Y. Lee, B. Murdock, *"Characterization of $YBaCuO$ and $ErBaCuO$ thin films deposited on silicon and gallium arsenide substrates"*, IEEE Trans. On Magn., vol. 25, n°2, p961 (1989)
- [93]T. Puzzer, Z.T. Zheng, S. Bosi, G.J. Russell, K.N.R. Taylor, *"Thin films of '123' on silicon substrates"*, Physica C, **162-164** p603 (1989)
- [94]S.I. Krasnosvobodtsev, E.V. Pechen, *" $YBaCuO$ thin films on Si substrate"*, Physica C, **185-189** p2097 (1991)
- [95]S.B. Ogale, R.D. Vispute, R.R. Rao, *"Pulsed excimer laser deposition $YBa_2Cu_3O_x$ superconductor films on silicon with laser-deposited Y-ZrO₂ buffer layer"*, Appl. Phys. Lett. **57** (17) p1805 (1990)
- [96]H. Myoren, Y. Nishiyama, N. Miyamoto, Y. Kai, Y. Yamanaka, Y. Osaka, F. Nishiyama, *"Crystalline qualities and critical current densities of as-grown $Ba_2YCu_3O_x$ thin films on silicon with buffer layers"*, Japan. J. Appl. Phys., vol. 29, n°6, pL955 (1990)
- [97]F. Sanchez, M. Varela, X. Queralt, R. Aguiar, J.L. Morenza, *"Laser ablation deposited $YBa_2Cu_3O_x$ thin films on YSZ / Si (100)"*, MRS Fall meeting, Symposium I (1992)
- [98]A. Lubig, Ch. Buchal, D. Guggi, C.L. Jia, B. Stritzker, *"Epitaxial growth of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ thin films on Si (100) with zirconia buffers of varying crystalline quality and structure"*, Thin Solid Films **217** (1992) 125
- [99]P. Lecoeur, B. Blanc-Guillon, H. Murray, B. Mercey, *"High T_c superconductive thin films on semiconductor substrates"*, Journal de Physique IV, colloque C6, vol. 4, p185 (1994)
- [100]Y. Li, S. Linzen, P. Seidel, F. Machalett, F. Schmidl, H. Schneidewind, T. Schmauder, R. Cihar, S. Schaller, *"Epitaxial growth of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ thin films on*

- CoSi₂ / Si substrates with combined CeO₂ / YSZ buffer layers*", Inst. Phys. Conf. Ser. N° 148, EUCAS 95, p91 (1995)
- [101]I. Belousov, A.I. Ruban, V.V. Il'chenko, G.V. Kuznetsov, V.I. Strikha, *"Superconducting YBaCuO thin films on silicon with barium silicate buffer layers"*, IEEE Trans. On Appl. Supercond., vol. 5, n°2,p1510 (1995)
- [102]D.B. Fenner, D.K. Biegelsen, R.D. Bringans, *"Silicon passivation by hydrogen termination: A comparative study of preparation methods"*, J. Appl. Phys. **66** (1), p419 (1989)
- [103]H. Bender, S. Verhaverbeke, M.M. Heyns, *"Hydrogen passivation of HF-last cleaned (100) silicon surfaces investigated by multiple internal réflexion infrared spectroscopy"*, J. Electrochem. Soc. Vol. 141, n° 11, p3128 (1994)
- [104]T. Takahagi, I. Nagai, A. Ishitani, H. Kuroda, *"The formation of hydrogen passivated silicon single-crystal surfaces using ultraviolet cleaning and HF etching"*, J. Appl. Phys. **64** (7) p3516 (1988)
- [105]D. Huang, K.R. Venkatachari, G.C. Stangle, *"Influence of yttria content on the preparation of nanocrystalline yttria-doped zirconia"*, J. Mater. Res. **10** 3 (1995) 762
- [106]H.G. Scott, *"Phase relationships in the zirconia-yttria system"*, J. Mater. Sci. **10**, p1527(1975)
- [107]S.M. Garrison, N. Newman, B.F. Cole, K. Char, R.W. Barton, *"Observation of two in-plane epitaxial states in YBa₂Cu₃O_{7-δ} films on yttria-stabilized ZrO₂"*, Appl. Phys. Lett. **58** 19, p2168 (1991)
- [108]D.K. Fork, D.B. Fenner, G.A.N. Connell, J.M.Philips, T.H. Geballe, *"Epitaxial yttria-stabilized zirconia on hydrogen-terminated Si by pulsed laser deposition"*, Appl. Phys. Lett. **57** (11), p1137 (1990)
- [109]D.B. Fenner, A.M. Viano, D.K. Fork, G.A.N. Connel, J.B. Boyce, F.A. Ponce, J.C. Tramontana, J. Appl. Phys. **69**, p2179 (1991)
- [110]*"The new X-ray reflectometer; A tool with surprising capabilities"* document commercial de la société Siemens
- [111]H. Kiessig, Annalen d. Physik, Band 10, Heft 7, p769 (1931)
- [112]L.G. Parrat, *"Surface studies of solids by total reflection of X-rays"*, Phys. Rev. Vol. 95, n°2, p359 (1954)
- [113]L. Nevot, P. Croce, *"Caractérisation des surfaces par réflexion rasante de rayons X. Application à l'étude du polissage de quelques verres silicates"*, Rev. Phys. App., vol. 15, p761 (1980)

- [114]D. Esteve, G. Delapierre, F. Baillieu, *"Les microsystemes intégrés: réalités et perspectives"*, l'Onde Electrique, vol.74, n°2, p3 (1994)
- [115]J.S. Danel, H. Camon, *"Le micro-usinage du silicium"*, l'Onde Electrique, vol.74, n°2, p21 (1994)
- [116]J.L. Robert, J.C. Bruyère, P. Pinard, *"Le silicium, un matériau de base pour les microsystemes"*, l'Onde Electrique, vol.74, n°2, p10 (1994)
- [117]P. Renard, *"Gravure du silicium par KOH; Application à la gravure anisotrope profonde"*, rapport LETI / STME / TN (1993)
- [118]P.J. Holmes, *"Electrochemistry of semiconductors"*, Academic Press, Ltd., London (1962)
- [119]H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, H. Baumgärtel, *"Anisotropic etching of crystalline silicon in alkaline solutions"*, J. Electrochem. Soc., vol. 137, n°11, p3612 (1990)
- [120]S.C. Chang, D.B. Hicks, *"The formation of microbridges on (100)-oriented silicon"*, J. Micromech. Microeng. **1** p25 (1990)
- [121]A. Garcia, *"Contribution à l'étude des mécanismes de création de défauts lors de la réalisation de substrats SIMOX"*, Thèse de l'Université Joseph Fourier (1995)
- [122]L. Méchin, D. Bloyet, J.C. Villégier, *"Fast and sensitive suspended YBaCuO microbolometers using SIMOX substrates"*, soumis à Appl. Phys. Lett. (1996)
- [123]C. Dolabdjian, D. Robbes, E. Lesquey, Y. Monfort, Rev. Sci. Instrum., *"Active voltage biasing of very low impedance devices"*, Rev. Sci. Instrum. vol 64 (3) p821 1993
- [124]P. Cosar, *"Transmission de la chaleur-Rayonnement"*, Techniques de l'ingénieur A 1520
- [125]Carslaw & Jaeger, *"Conduction of heat in solids"*, édition OXFORD (1959)
- [126]E. Steinbeiss, W. Michalke, H. Neff, B. Schwierzi, *"Combined photodiode and high-Tc transition edge bolometer function on zirconia silicon membranes"*, IEEE Trans. Appl. Superconductivity vol. 5, n°2, p2416 (1995)
- [127]P.E. Phelan, *"Thermal radiation phenomena in thin-film high-temperature superconductors"*, Thèse de l'Université de Berkeley (1990)
- [128]Y. S. Touloukian, R.W. Powell, C.Y. Ho, P.G. Klemens, *"Thermophysical properties of matter"*, IFI/PLENUM, New York-Washington (1970)
- [129]E. Lesquey, Thèse de Doctorat de l'Université de Caen (1996)

- [130]E. Lesquey, C. Gunther, S. Flament, R. Desfeux, J.F. Hamet, D. Robbes, *"Progress toward a low-noise temperature regulation using a superconductive high- T_c microbridge"*, IEEE Trans. Appl. Superconductivity, vol. 5, n°2, p2427 (1995)
- [131]D. Robbes, P. Langlois, C. Dolabdjian, D. Bloyet, J.F. Hamet, H. Murray, *"YBCO microbolometers operating below T_c : a modelization based on critical current-temperature dependence"*, IEEE Trans. Appl. Superconductivity, vol. 3, n°1, p2120 (1993)
- [132]B. Dwir, D. Pavuna, *"A sensitive YBaCuO thin film bolometer with ultrawide wavelength response"*, J. Appl. Phys. **72** (9) p3855 (1992)
- [133]C.J. Haung, C.Y. Chang, T.Y. Tseng, *"Bolometric response of superconducting $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ microbridges"*, J. Appl. Phys. **72** (12) p5786 (1992)
- [134]F.A. Hegmann, J.S. Preston, *"Identification of non bolometric photoresponse in $YBa_2Cu_3O_{7.8}$ thin films based on magnetic film dependence"*, Appl. Phys. Lett. **62** (10) p1158 (1993)
- [135]T. Yotsuya et al., *"Infrared radiation detection with $YBa_2Cu_3O_{7.8}$ microbridges"*, Jap. J. Appl. Phys. **30** (12B) pL2091 (1991)
- [136]C. Barlhom-Hansen, M.T. Levinsen, Springer Proc. Phys. **64** p192 (1992)
- [137]P.G. Huggard et al., *"Fast nonlinear photoresponse of current biased thin films $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ to pulsed far-infrared radiation"*, Appl. Phys. Lett. **58** (22) p2549 (1991)
- [138]X. Yi, G.K. Wong, Infr. Phys. **31** (3) p251 (1991)
- [139]W. Eidelloth, IEEE Trans. Magn. Vol. 27, n°2, p2828 (1991)
- [140]J. Brasunas, S.H. Moseley, B. Lakew, R.H. Ono, D.G. McDonald, J.A. Beall, J.E. Sauvageau, *"Construction and performance of a high-temperature superconductor composite bolometer"*, J. Appl. Phys. **66** (9) p4551 (1989)
- [141]J. Talvacchio, M.G. Forrester, A.I. Braginski, *"Science and technology of thin film superconductors"*, Plenum Press, p449 (1989)
- [142]R.S. Nebosis et al., *"Ultrafast photoresponse of an $YBa_2Cu_3O_{7.8}$ film to far infrared radiation pulses"*, Opt. Lett. **18** (2) p96 (1993)
- [143]M. Nahum, Q. Hu, P.L. Richards, S.A. Sachtjen, N. Newman, B.F. Cole, *"Fabrication and measurements of high- T_c superconducting microbolometers"*, IEEE Trans. on Magnetism, vol. 27, n°2, p3081 (1991)
- [144]K. Li, J.E. Johnson, B.W. Aker, *"High responsivity $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ microbolometers with fast response times"*, J. Appl. Phys. **73** (3) p1531 (1993)

- [145]J.P. Zheng, Q.Y. Ying, H.S. Kwok, *"Y-Ba-Cu-O thin film infrared detectors"*,
Physica C **168** p322 (1990)

OUVRAGES DE RÉFÉRENCES

"Superconductivity of metals and alloys"

P.G. De Gennes, WA Benjamin Ed. (1966)

"Physique de l'état solide"

C. Kittel, Dunod, (1983)

"Theory of superconductivity"

J.R. Schrieffer, Ed. Benjamin (1964)

"Introduction to superconductivity"

M. Tinkham, Ed. Mc Graw Hill (1975)

"Thermophysical properties of matter"

Y. S. Touloukian, R.W. Powell, C.Y. Ho, P.G. Klemens,
IFI/PLENUM, New York-Washington (1970)

"Conduction of heat in solids"

H.S. Carslaw & J.C. Jaeger, édition OXFORD University Press (1959)

"Noise reduction techniques in electronic systems",

H.W. Ott, second edition, Wiley Interscience publication (1988)

"Parasites et perturbations des électroniques"

A. Charoy, édition DUNOD Tech (1992)

"La thermographie infrarouge; Principes Technologies Applications"

G. Gaussorgues, édition TecDoc (1989)

"Infrared detectors"

R.D. Hudson, J.W. Hudson, édition HALSTED PRESS (1975)

"Optical and infrared detectors"

R.F. Keyes, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, New York (1980)

LISTE DES PUBLICATIONS

Revue périodiques:

1. " Double CeO_2 / YSZ buffer layer for the epitaxial growth of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{1-\delta}$ films on Si (100) substrates"
L. Méchin, J.C. Villégier, G. Rolland, F. Laugier
PHYSICA C, vol. 269, p124-130 (20 Sept. 1996)
2. " Fast and sensitive suspended YBaCuO microbolometers using silicon SIMOX substrates"
L. Méchin, D. Bloyet, J.C. Villégier
soumis à Applied Physics Letters (1996)
3. "Modelling and measurements of suspended YBaCuO microbolometer performances fabricated by silicon micromachining"
L. Méchin, D. Bloyet, J.C. Villégier
soumis à Journal of Applied Physics

Conférences:

1. "Microgéométries supraconductrices par contrôle des zones de croissance épitaxiée d'YBaCuO. Optimisation des contacts Au/YBaCuO."
2. Gunther, D. Robbes, R. Desfeux, L. Méchin, D. Bloyet
SEE conf. Caen (nov. 1993)
2. "Photoresponse of YBaCuO microthermometers below the transition temperature."
D. Robbes, L. Méchin, C. Gunther, C. Maleville, A. Ghis, J.C. Villégier
SPIE vol 2159, p166 (1994)
3. "IR detection in YBaCuO using air bridges and junction arrays as sensitive elements"
L. Méchin, H. Boucher, A. Ghis, M. Lévis, M. Vabre, J.C. Villégier
EUCAS'95, Inst. Phys. Conf. Ser. n°148, p1459 (1995)

4. "Thermally isolated YBaCuO air bridges on silicon substrates for high performances bolometers"
L. Méchin, J.C. Villégier, P. Langlois, D. Robbes, D. Bloyet
Proceedings THERMINIC95, 25-26 Septembre 1995, Grenoble
5. "Sensitive IR bolometers using superconducting YBaCuO air bridges on micromachined silicon substrates"
L. Méchin, J.C. Villégier, P. Langlois, D. Robbes, D. Bloyet
Sensors & Actuators A Physical, special issue of THERMINIC Workshop, accepté (1996)
6. "Suspended YBaCuO microstructures on CeO₂ / YSZ membranes for sensitive bolometers"
L. Méchin, J.C. Villégier, D. Bloyet
SPIE vol. 2685, p180 (1996)
7. "Suspended epitaxial YBaCuO bolometers on silicon and SIMOX substrates"
L. Méchin, J.C. Villégier, D. Bloyet
présenté à Applied Superconductivity Conference, Pittsburg, (1996)
soumis à IEEE Trans. Applied on Superconductivity (1997)

RESUME

Nous avons démontré la faisabilité de bolomètres suspendus YBaCuO sensibles et relativement rapides par micro-usinage du substrat de silicium. Ce travail comprend une partie technologique décrivant trois techniques de fabrication de structures suspendues YBaCuO et une partie de caractérisation. Les films d'YBaCuO obtenus sur silicium avec une double couche tampon CeO₂ / YSZ sont texturés dans la direction c et ne possèdent qu'une seule orientation dans le plan. Leur température critique mesurée à résistance nulle vaut 88 K, et leur densité de courant critique dépasse 10⁶ A / cm² à 77 K. La gravure ionique réactive (GIR) du substrat de silicium nous a permis de réaliser un grand nombre d'échantillons et de valider ainsi nos calculs par confrontation avec les mesures. La technique de fabrication utilisant un substrat SIMOX s'est révélée très peu dégradante pour l'YBaCuO et très prometteuse pour la détection. Enfin, nous avons défini un méandre constitué de 17 brins de largeur de piste 4 μm, et fabriqué par GIR. Les performances de ce détecteur de surface 100 × 100 μm², mesurées à 85 K dans la gamme de longueur d'onde 3-5 μm, sont au niveau des meilleures publiées:

$$\text{Sensibilité (3-5 } \mu\text{m)} = 11950 \text{ V / W}$$

$$\text{Temps de réponse } \tau = 564 \text{ } \mu\text{s}$$

$$\text{NEP optique} = 4,0 \cdot 10^{-12} \text{ W} / \sqrt{\text{Hz}}$$

$$\text{Déectivité } D^* = 2,5 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W} .$$

Mots clés: YBaCuO, couches minces, silicium, SIMOX, couche tampon, micro-usinage, bolomètre, infrarouge, modèle thermique, déectivité.

ABSTRACT

We demonstrated the feasibility of both sensitive and relatively fast YBaCuO suspended bolometers by silicon micromachining. This work includes a technological part where three fabrication sequences are described and a characterisation part. The YBaCuO films on CeO₂ / YSZ-buffered silicon are c axis textured and show only one epitaxial in-plane orientation. Their critical temperature T_c (zero resistance) is 88 K and their critical current density is above 10⁶ A / cm² at 77 K. The reactive ionic etching (RIE) of silicon substrates enabled to fabricate a large number of samples and to confirm our calculations by comparison with the measurements. The technique of fabrication based on SIMOX substrates did not degrade the YBaCuO superconducting properties and was found to be very promising for detection. At last, we defined a meander line, constituted by seventeen 4 μm wide tracks and fabricated by RIE. The performances of this detector of 100 × 100 μm² area, measured at 85 K in the wavelength range 3-5 μm, are among the best reported results:

$$\text{Sensitivity (3-5 } \mu\text{m)} = 11950 \text{ V / W.}$$

$$\text{Thermal response time } \tau = 564 \text{ } \mu\text{s.}$$

$$\text{Optical NEP} = 4,0 \cdot 10^{-12} \text{ W} / \sqrt{\text{Hz}} .$$

$$\text{Detectivity } D^* = 2,5 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W} .$$

Keywords: YBaCuO, thin films, silicon, SIMOX, buffer layer, micromachining, bolometer, infrared, thermal model, detectivity.

RÉSUMÉ

Nous avons démontré la faisabilité de bolomètres suspendus YBaCuO sensibles et relativement rapides par micro-usinage du substrat de silicium. Ce travail comprend une partie technologique décrivant trois techniques de fabrication de structures suspendues YBaCuO et une partie de caractérisation. Les films d'YBaCuO obtenus sur silicium avec une double couche tampon CeO_2 / YSZ sont texturés dans la direction c et ne possèdent qu'une seule orientation dans le plan. Leur température critique mesurée à résistance nulle vaut 88 K, et leur densité de courant critique dépasse $10^6 \text{ A} / \text{cm}^2$ à 77 K. La gravure ionique réactive (GIR) du substrat de silicium nous a permis de réaliser un grand nombre d'échantillons et de valider ainsi nos calculs par confrontation avec les mesures. La technique de fabrication utilisant un substrat SIMOX s'est révélée très peu dégradante pour l'YBaCuO et très prometteuse pour la détection. Enfin, nous avons défini un méandre constitué de 17 brins de largeur de piste $4 \mu\text{m}$, et fabriqué par GIR. Les performances de ce détecteur de surface $100 \times 100 \mu\text{m}^2$, mesurées à 85 K dans la gamme de longueur d'onde 3-5 μm , sont au niveau des meilleures publiées:

Sensibilité (3-5 μm) = 11950 V / W

Temps de réponse τ = 564 μs

NEP optique = $4,0 \cdot 10^{-12} \text{ W} / \sqrt{\text{Hz}}$

Délectivité $D^* = 2,5 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$.

Mots clés: YBaCuO, couches minces, silicium, SIMOX, couche tampon, micro-usinage, bolomètre, infrarouge, modèle thermique, détectivité.

ABSTRACT

We demonstrated the feasibility of both sensitive and relatively fast YBaCuO suspended bolometers by silicon micromachining. This work includes a technological part where three fabrication sequences are described and a characterisation part. The YBaCuO films on CeO_2 / YSZ-buffered silicon are c axis textured and show only one epitaxial in-plane orientation. Their critical temperature T_c (zero resistance) is 88 K and their critical current density is above $10^6 \text{ A} / \text{cm}^2$ at 77 K. The reactive ionic etching (RIE) of silicon substrates enabled to fabricate a large number of samples and to confirm our calculations by comparison with the measurements. The technique of fabrication based on SIMOX substrates did not degrade the YBaCuO superconducting properties and was found to be very promising for detection. At last, we defined a meander line, constituted by seventeen $4 \mu\text{m}$ wide tracks and fabricated by RIE. The performances of this detector of $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ area, measured at 85 K in the wavelength range 3-5 μm , are among the best reported results:

Sensitivity (3-5 μm) = 11950 V / W.

Thermal response time τ = 564 μs .

Optical NEP = $4,0 \cdot 10^{-12} \text{ W} / \sqrt{\text{Hz}}$.

Detectivity $D^* = 2,5 \cdot 10^9 \text{ cm}\sqrt{\text{Hz}} / \text{W}$.

Keywords: YBaCuO, thin films, silicon, SIMOX, buffer layer, micromachining, bolometer, infrared, thermal model, detectivity.

